

TỔNG CÔNG TY HOÁ CHẤT VIỆT NAM
VIỆN HOÁ HỌC CÔNG NGHIỆP

CÔNG TRÌNH

**NGHIÊN CỨU KHOA HỌC CÔNG NGHỆ VÀ
ỨNG DỤNG TRIỂN KHAI SẢN XUẤT
THUỐC TẬP HỢP TUYỂN APATIT LOẠI III LÀO CAI**
(Từ 5/1991 - 12/2004)

CƠ QUAN CHỦ QUẢN : TỔNG CÔNG TY HOÁ CHẤT VIỆT NAM

CƠ QUAN CHỦ TRÌ : VIỆN HOÁ HỌC CÔNG NGHIỆP

CƠ QUAN PHỐI HỢP : CÔNG TY APATIT VIỆT NAM

2005 - 24 - 242 / KQ

HÀ NỘI - 2005

5322

12/05/05

LỜI CẢM ƠN

Kết quả thực hiện thành công Dự án “*Ứng dụng công nghệ sản xuất thuốc tuyển quặng Apatit loại III Lào Cai trên cơ sở oxy hóa parafin*” là tập hợp nhiều yếu tố đóng góp. Đó là sự lãnh đạo, chỉ đạo và đầu tư trực tiếp của Bộ Khoa học và Công nghệ, Bộ Công nghiệp, Tổng công ty Hóa chất Việt nam.

Thành công của Dự án đã thể hiện sinh động sự hợp tác và gắn kết chặt chẽ giữa Viện hóa học Công nghiệp và Công ty Apatit Việt nam. Có thể nói đây là sự gắn kết điển hình giữa nghiên cứu khoa học và sản xuất.

Thành công của Dự án còn có sự hợp tác giữa Viện hóa học Công nghiệp và Công ty Thiết kế mỏ INCODEMIC.

Để có được thành công của Dự án không thể không kể đến sự hợp tác giữa đội ngũ khoa học trong và ngoài Viện, của các đồng chí cán bộ khoa học trước đây và hiện nay, những người đã khắc phục mọi khó khăn, quyết tâm công hiến cho sự nghiệp khoa học, mang lại thành tích vẻ vang như ngày nay.

Nhân dịp này, thay mặt cho toàn thể cán bộ khoa học của Viện Hóa học công nghiệp chúng tôi xin chân thành cảm ơn sự đóng góp vô cùng quý báu của Quý các cơ quan, bộ, ngành; Quý các công ty và tất cả các đồng chí. Mong rằng chúng ta tiếp tục hợp tác tạo nên những bước ngoặt mới trong nghiên cứu khoa học.

Hà nội tháng 3/2005

Viện trưởng

(Chủ nhiệm Dự án)

PGS TS Mai Ngọc Chúc

DANH SÁCH CÁN BỘ THAM GIA CÔNG TRÌNH

TT	Họ và tên	Chức vụ	Nơi công tác
1	PGS. TS Mai Ngọc Chúc Chủ nhiệm Công trình	Viện trưởng	Viện Hoá học công nghiệp
2	KS. Hà Văn Vội	Giám đốc	Trung tâm Hữu cơ - Viện HHCN
3	Th.s Bùi Đăng Học	Phó Xưởng trưởng	Xưởng Dự án Thuốc tuyển - Viện HHCN
4	KS. Vũ Quang Tụng	Nguyên Giám đốc	Công ty Apatit VN
5	Lê Thị Hoa	Nghiên cứu viên	Trung tâm Hữu cơ - Viện HHCN
6	Nguyễn Hoài Vân	Nghiên cứu viên	Trung tâm Hữu cơ - Viện HHCN
7	Vũ Thế Trí	Nguyên Giám đốc	Trung tâm Hữu cơ - Viện HHCN
8	Trần Hữu Bưu	Nguyên nghiên cứu viên chính	Trung tâm Hữu cơ - Viện HHCN
9	Hồ Quý Đạo	GS.TS khoa học	Viện HHCN
10	Nguyễn Ngọc Dũng	Phó Giám đốc	Công ty Apatit VN
11	Hoàng Văn Hoan	Phó Viện trưởng	Viện HHCN
12	Phạm Thế Trinh	Phó Viện trưởng	Viện HHCN
13	Lưu Hoàng Ngọc	Phó Viện trưởng	Viện HHCN
14	Lê Thị Kim Liên	Nghiên cứu viên	Trung tâm Hoá thực vật - Viện HHCN
15	Nguyễn Công Thành	Nghiên cứu viên	Phòng Nghiên cứu phát triển - Viện HHCN
16	Khuông Trung Thuỷ	Tiến sĩ	Viện HHCN
17	Văn Thị Lan	Cử nhân	Viện HHCN
18	Đặng Đình Quý	Cử nhân	Viện HHCN
19	Nguyễn Ngọc Thanh	Nghiên cứu viên	Trung tâm Hoá thực vật - Viện HHCN

20	Nguyễn Quang Lợi	Giám đốc	Nhà máy Tuyển - Công ty Apatit VN
21	Nguyễn Trọng Phú	Phó Giám đốc	Nhà máy Tuyển - Công ty Apatit VN
22	Nguyễn Văn Tạo	Trưởng phòng	Phòng Kỹ thuật, Nhà máy Tuyển - Công ty Apatit Việt Nam
23	Nguyễn Xuân Vinh	Cán bộ công nghệ	Xưởng Dự án Thuốc tuyển - Viện HHCN
24	Nguyễn Hoài Nam	Chuyên viên quản lý	Ban Kiến thiết XD CB - Viện HHCN
25	Lê Thu Hoa	Trưởng phòng	Phòng Kế toán - Viện HHCN
26	Mai Thu Hiền	Chuyên viên quản lý	Phòng Kế hoạch - Viện HHCN
27	Toàn thể công nhân Xưởng Dự án thuốc Tuyển		

MỤC LỤC

Lời cảm ơn	
Phần giới thiệu mở đầu	trang 1 - 3
Nghiên cứu công trình giai đoạn thứ nhất (1991 - 1995)	trang 4 - 16
Nghiên cứu công trình giai đoạn thứ hai (1996 - 2000)	trang 17 - 22
- Tóm tắt Dự án P cấp Bộ	trang 23 - 26
- Tóm tắt Đề tài nghiên cứu số 1 : “ Nghiên cứu chế tạo thuốc tập hợp hữu cơ dạng DPO93 để tuyển nổi quặng Apatit loại III Lào Cai từ nguyên liệu parafin lỏng thay thế cho nguyên liệu parafin tách ra từ dầu Diesel ”	trang 23 - 26
- Tóm tắt Đề tài nghiên cứu số 2 : “ Nghiên cứu cải tiến tính tan thuốc tuyển PO - 93 ”	trang 27 - 28
- Đề tài nghiên cứu số 3 : “ Nghiên cứu công nghệ tách axit béo từ nguồn nguyên liệu thực vật và phế thải công nghiệp làm nguyên liệu sản xuất thuốc tuyển ”	trang 29 - 32
- Đề tài số nghiên cứu số 4 : “ Nghiên cứu nâng cao chất lượng thuốc tuyển ”	trang 33 - 40
- Đề tài nghiên cứu số 5 : “ Nghiên cứu các công nghệ phối trộn tạo thuốc tuyển mới ”	trang 41 - 50
Kết luận và kiến nghị	trang 51 - 53
Phụ lục chi tiết	
- Báo cáo chi tiết các đề tài từ số 1 - 5	trang 54 - 253
- Báo cáo kết quả sản xuất thử công nghiệp với thuốc tuyển VH 2000 của Công ty Apatit Việt Nam	trang 254 - 264

	Trang
II. MỤC TIÊU CỦA ĐỀ TÀI	264
III. GIỚI THIỆU VÀ TÓM TẮT CÁC CÔNG TRÌNH NCKH	267
1. Tình hình nghiên cứu trên thế giới	267
2. Tình hình nghiên cứu trong nước	267
IV. PHẦN TỔNG QUAN VỀ LÝ THUYẾT	268
V. PHẦN KẾT QUẢ NGHIÊN CỨU	268
1. Hoàn thiện công nghệ sản xuất thuốc tuyến	268
<i>1.1. Hoàn thiện công nghệ oxy hoá parafin lỏng</i>	
<i>1.2. Hoàn thiện công nghệ sản xuất axit béo trên dây chuyền Pilot</i>	
2. Nghiên cứu xây dựng chỉ tiêu chất lượng của Thuốc tuyến quặng Apatit loại III Lào Cai - Loại thuốc tập hợp VH2000	283
3. Nghiên cứu phụ gia thích hợp cho thuốc tuyến và tuyến thử trong phòng thí nghiệm và sản xuất công nghiệp	284
VI. TÍNH TOÁN GIÁ THÀNH	291
VII. KẾT LUẬN VÀ KIẾN NGHỊ	291
TÀI LIỆU THAM KHẢO	325
PHỤ LỤC	

	Trang
A	MỞ ĐẦU
	327
I	MỤC TIÊU DỰ ÁN
	329
II	NỘI DUNG DỰ ÁN
	330
B	KẾT QUẢ THỰC HIỆN DỰ ÁN
	331
I	NHỮNG ĐIỂM MỚI THÀNH CÔNG CỦA DỰ ÁN
	321
II.	HỢP TÁC KHOA HỌC KỸ THUẬT TIẾP NHẬN CÔNG NGHỆ VÀ THIẾT BỊ CỦA LIÊN BANG NGÀ
	333
1.	Quy trình công nghệ
	337
2.	Sơ đồ thiết bị và quá trình công nghệ
	340
III.	XÂY DỰNG XƯỞNG SẢN XUẤT THUỐC TUYỂN CÔNG SUẤT 500 TẤN/NĂM
	341
1.	Vị trí lắp đặt, cơ sở hạ tầng
	341
2.	Các hạng mục xây dựng xưởng thuốc tuyển công suất 500 tấn/năm
	342
2.1	<i>Chế tạo và lắp đặt hệ thống oxy hoá n-parafin; hệ thống trung hoà, lắng tách và phối chế sản phẩm DO</i>
	343
2.2.	<i>Thiết kế chế tạo và lắp đặt hệ thống thiết bị tách axit béo từ dầu thực vật, xà phòng hoá axit béo và tiêu chuẩn hoá sản phẩm PO.</i>
	346
2.3.	<i>Công nghệ và chế tạo thiết bị xử lý môi trường</i>
	347
2.4.	<i>Lắp đặt thiết bị, kiểm tra, chạy thử và hiệu chỉnh toàn bộ dây chuyền</i>
	348
2.5.	<i>Kết quả sản xuất thí nghiệm trên dây chuyền sản xuất thuốc tuyển công suất 500 tấn/năm</i>
	352
2.6.	<i>Kết quả thí nghiệm tuyển quặng Apatít loại III Lào Cai tại Phòng thí nghiệm của nhà máy tuyển quặng Apatít Việt Nam</i>
	353

IV.	TỔNG HỢP KẾT QUẢ SẢN XUẤT	356
1.	Thử nghiệm trong công nghiệp và kết quả sản xuất	356
1.1.	<i>Thử nghiệm sử dụng thuốc tuyển VH-2003</i>	356
1.2.	<i>Kết quả sử dụng thuốc tuyển quặng Apatít (VH-2004) sản xuất từ dây chuyền mới (500 T/năm) trên nhà máy tuyển quặng Apatít Việt Nam: tháng 11/2004 (tuyển công nghiệp)</i>	360
V.	NHỮNG NGHIÊN CỨU HỖ TRỢ CHO DỰ ÁN ĐỂ HOÀN THIỆN CÔNG NGHỆ NÂNG CAO CHẤT LƯỢNG VÀ HẠ GIÁ THÀNH SẢN PHẨM THUỐC TUYỂN QUẶNG APATÍT	361
1.	Thuốc tuyển DPO-93	361
2.	Kết quả nghiên cứu KHCN - xây dựng dự án - nghiên cứu phát triển. Thuốc tập hợp hữu cơ DPO-93, VH-2K2 và VH-2000 làm thuốc tuyển nổi quặng Apatít loại III Lào Cai	363
2.1.	<i>Kết quả triển khai dự án sản xuất thử nghiệm (dự án cấp P cấp Bộ và Tổng công) - Dự án xây dựng dây chuyền sản xuất thử nghiệm thuốc tuyển DPO-93 công suất 120 tấn/năm</i>	363
2.2	<i>Kết quả nghiên cứu phát triển thuốc tập hợp hữu cơ VH-2K2 và VH-2000 để tuyển nổi quặng Apatít loại III Lào Cai</i>	367
VI.	TÀI CHÍNH	373
VII.	ĐÁNH GIÁ HIỆU QUẢ KINH TẾ CỦA DỰ ÁN	384
VIII.	KẾT LUẬN VÀ KIẾN NGHỊ	385

A. PHÂN MỞ ĐẦU

Mỏ quặng Apatít Lào Cai là một trong những mỏ quặng có trữ lượng lớn trên thế giới. Từ nhiều năm nay công ty Apatit Lào Cai đã tổ chức khai thác nguồn nguyên liệu quý này để sản xuất phân bón phục vụ cho ngành nông nghiệp. Quặng Apatit loại 3 Lào Cai khai thác gồm 4 loại chính. Quặng loại I là quặng nguyên khai có hàm lượng P_2O_5 tự nhiên lớn hơn 32% được sử dụng trực tiếp để sản xuất phân bón (phân super phốt phát đơn). Quặng loại II là loại quặng có hàm lượng P_2O_5 lớn hơn 18% được sử dụng làm nguyên liệu cho nhà máy sản xuất phân lân nung chảy (Nhà máy phân lân nung chảy Ninh Bình và Văn Điển). Quặng loại III là loại quặng có hàm lượng P_2O_5 từ 14 - 18% với trữ lượng chiếm chủ yếu trong quá trình khai thác, để sử dụng loại quặng này cần phải qua quá trình tuyển nổi để nâng cao hàm lượng P_2O_5 đạt tiêu chuẩn thương phẩm (lớn hơn 32% P_2O_5).

Đầu những năm 90, Liên Xô (cũ) đã giúp nước ta xây dựng nhà máy tuyển quặng Apatít loại III Lào Cai theo công suất thiết kế là 700 ngàn tấn quặng tinh một năm với hàm ẩm là 2%.

Nhà máy tuyển quặng Apatít loại III do Liên Xô giúp ta xây dựng khi đi vào hoạt động chính thức hàng năm cần một lượng lớn thuốc tập hợp hữu cơ (khoảng 1.200 tấn/năm). Thuốc tập hợp theo thiết kế dự kiến là T K. Do tập hợp T K được sản xuất với số lượng hạn chế, nên đến thời điểm đưa nhà máy tuyển Apatít Lào Cai đi vào hoạt động cần tiến hành các nghiên cứu bổ xung nhằm tìm ra được loại thuốc tập hợp có tính chất tuyển nổi tương tự như T K trong số các sản phẩm được sản xuất với số lượng cần thiết ở Liên Xô hay ở Việt Nam (1).

Các thuốc tập hợp thay thế được phải thoả mãn được yêu cầu thiết kế công nghệ của nhà máy. Từ quặng đầu nguyên khai có hàm lượng 15,8% P_2O_5 với thực thu công nghệ là 63,6% và thực thu hàng hoá là 60% P_2O_5 (2).

Do vậy, từ những năm 1989 - 1990 giữa Viện nghiên cứu Quốc gia các nguyên liệu mỏ hoá chất (GiGKhS) - Liên Xô và Công ty Thiết kế mỏ đã có hợp tác nghiên cứu tuyển nổi loại quặng Apatít loại III Lào Cai bằng loại thuốc tập hợp sẵn

có ở Liên Xô (cũ) phù hợp với điều kiện công nghệ tuyển nổi quặng Apatít loại III Lào Cai như : MTK, Flotol 7,9, HK, T K, MDTM, KMT, MK AAK (KTM) BC,φP-656, φP660. Kết quả thử nghiệm cho thấy các thuốc tập hợp trên đều cho thấy kết quả tuyển nổi đạt các chỉ tiêu công nghệ thiết kế của nhà máy và thay thế được T K (3,4).

Thuốc tuyển quặng Apatít là tập hợp hữu cơ có nhiều dạng khác nhau, chủ yếu trên cơ sở chất hoạt động bề mặt và được chế tạo từ nguồn nguyên liệu dầu mỡ thực vật hoặc hỗn hợp Hydrocacbon tách ra từ dầu mỏ. Trong quá trình tuyển nổi, nhà máy đã sử dụng thuốc tuyển của Phần Lan với công nghệ tuyển khử slam và không tách tầng sót. Cho tới nay, nhà máy đang sử dụng thuốc tuyển MD của Thụy Điển.

Do đặc thù của quặng Apatít loại III Lào Cai là nhiều slam và tầng sót nên xu hướng sử dụng thuốc tuyển hướng tới tận dụng quặng đầu vào và giảm hàm lượng P_2O_5 của quặng thải sau tuyển nhằm tăng thu hoạch và thực thu P_2O_5 là bức thiết.

Việc nghiên cứu tạo ra công nghệ sản xuất thuốc tuyển để thay thế dần thuốc ngoại nhập, tiết kiệm ngoại tệ và chủ động trong sản xuất là cần thiết và cấp bách.

Vào đầu những năm 1990, Viện Hoá Học Công Nghiệp đã đề xuất và chủ trì đề tài nghiên cứu cấp Nhà nước Mã số KC-06-01 thuộc chương trình KC-06 với nội dung nghiên cứu công nghệ sản xuất thuốc tuyển nổi quặng Apatít loại III. Đề tài đã nghiên cứu thành công tạo ra thuốc tập hợp ký hiệu DPO-93 bao gồm hai thành phần chính là DO (chế tạo từ dầu Diezen) và PO (chế tạo từ dầu thực vật). Thuốc tập hợp hữu cơ DPO-93 đã được sản xuất thử nghiệm trên dây chuyền Pilot và tuyển thử tại nhà máy Tuyển quặng Apatít loại III Lào Cai. Sau khi tuyển trên dây chuyền sản xuất công nghiệp, thuốc tập hợp DPO-93 có ưu điểm so với thuốc MD của Thụy Điển là tính tập hợp và chọn lọc tốt, đảm bảo quặng tinh đạt tiêu chuẩn thương phẩm với hàm lượng P_2O_5 lớn hơn 32%.

Tuy vậy, thuốc tập hợp tuyển DPO-93 cũng có nhược điểm cơ bản mà nhà máy không sử dụng để sản xuất công nghiệp được đó là: Tính chọn lọc kém (làm

cho hàm lượng P_2O_5 trong quặng thải cao tới 8,5%), dải điều chỉnh của thuốc hẹp, không ổn định khi quặng đầu vào thay đổi, bột dai khó tuyển không phù hợp với công nghệ tuyển hiện nay của nhà máy.

Để khắc phục nhược điểm của thuốc tập hợp DPO-93, tạo ra khả năng cạnh tranh và có thể thay thế được thuốc tuyển nhập ngoại, Viện Hoá Học Công Nghiệp đã trực tiếp tổ chức nghiên cứu tạo ra tập hợp thuốc tuyển mới đó là thuốc tập hợp VH-2K2 và VH-2000.

Tóm lại công trình nghiên cứu khoa học công nghệ sản xuất thuốc tập hợp hữu cơ để tuyển nổi quặng Apatít loại III Lào Cai được chia làm hai giai đoạn:

- Giai đoạn thứ nhất từ năm 1991 đến năm 1996 là giai đoạn Viện Hoá Học Công Nghiệp đã tổ chức nghiên cứu các đề tài KHCN cấp Nhà nước mã số KC-06-01 do TS.Trần Hữu Bưu làm chủ nhiệm và các cộng sự đã tạo ra được thuốc tuyển tập hợp DPO-93.

- Giai đoạn thứ hai từ năm 1998 đến năm 2001 là giai đoạn Viện Hoá Học Công Nghiệp đã tổ chức xây dựng dự án, nghiên cứu phát triển KHCN cấp Bộ công nghiệp và cấp Tổng công ty Hoá chất Việt Nam do TS.Mai Ngọc Chúc làm chủ nhiệm và các cộng sự đã tạo ra được thuốc tập hợp mới là Thuốc tập hợp VH-2K2 và VH-2000.

Trong khuôn khổ của báo cáo tổng kết, chúng tôi xin được trình bày tóm tắt kết quả các công trình nghiên cứu KHCN như sau:

B. GIAI ĐOẠN THỨ NHẤT (TỪ NĂM 1991 - 1996)

KẾT QUẢ NGHIÊN CỨU KHCN THUỐC TẬP HỢP HỮU CƠ DPO-92; DPO-93 DÙNG TRONG TUYỂN NỔI QUẶNG APATIT LOẠI III LÀO CAI

(Chương trình KC-06-01)

I. Nội dung nghiên cứu

Nghiên cứu xây dựng công nghệ sản xuất thuốc tập hợp hữu cơ từ nguồn nguyên liệu sẵn có trong nước, từng bước có khả năng thay thế được thuốc tập hợp nhập ngoại, đáp ứng được các yêu cầu kỹ thuật công nghệ của nhà máy tuyển nổi quặng apatit loại III đã được tiến hành tại Viện Hóa học Công nghiệp trong khuôn khổ đề tài cấp Nhà nước mã số KC-06-01, thuộc chương trình KC-06. Trong quá trình nghiên cứu, Viện Hóa học Công nghiệp đã hợp tác với các đơn vị trong nước: Công ty Mỏ, Trường Đại học Mỏ Địa chất và nước ngoài. Viện chất hoạt động bề mặt toàn Liên bang, Viện nghiên cứu mô hóa chất (Cộng hòa Liên bang Nga).

Dựa trên điều kiện thực tế của ta về khả năng gia công, chế tạo thiết bị, cung cấp nguyên liệu ban đầu, chúng tôi đã định hướng trọng tâm vào nghiên cứu theo hai hướng: Dầu thực vật và dầu diezen phân đoạn chưng cất dầu DO của Sài Gòn petro, sau đó từ dầu diezen dầu có bán trên thương trường với giá cả hợp lý:

+ Từ dầu thực vật chúng tôi đã nghiên cứu phương pháp biến tính trong phòng thí nghiệm dạng thuốc tập hợp KTM, AAK, Flotol 7.9. Các loại thuốc tập hợp này đã được Cộng hòa Liên bang Nga đưa sang thử tuyển quặng apatit loại III Lào Cai ở mức độ phòng thí nghiệm cũng như trên pilot tuyển bán công nghiệp có khả năng thay thế thuốc tập hợp T K là thuốc tập hợp được chỉ định dùng theo thiết kế nhà máy.

+ Từ các phân đoạn dầu D.O, dầu diezen của Sài Gòn Petro, chúng tôi đã nghiên cứu công nghệ oxy hóa hỗn hợp hydrocacbon sau khi rửa aromat bằng phương pháp axit, không tách izohydrocacbon. Sau này khi không có dầu diezen và dầu D.O của Sài Gòn petro chúng tôi chuyển sang nghiên cứu chuyển hóa hỗn hợp hydrocacbon từ dầu diezen có bán trên thị trường vẫn theo công nghệ trên (hướng nghiên cứu chủ yếu của đề tài). Với hy vọng từ nguồn nguyên liệu khác nhau kể trên có thể chọn được một loại nguyên liệu khả dĩ có thể sử dụng trong công nghệ sản xuất thuốc tập hợp để tổng hợp được hoạt chất phối chế thành thuốc tập hợp có tính tập hợp và

chọn lọc cao, đạt được các yêu cầu chỉ tiêu công nghệ của nhà máy tuyển quặng apatit loại III Lào Cai.

Về mặt công nghệ oxy hóa chúng tôi đã mô phỏng theo công nghệ sản xuất thuốc tập hợp MTK của Viện nghiên cứu hóa chất hoạt động bề mặt toàn Liên bang (Cộng hòa Liên bang Nga).

Với mục đích đặt ra ở trên, đề tài đã hoàn thành các nhiệm vụ chính dưới đây:

a. Đã nghiên cứu thăm dò trong phòng thí nghiệm công nghệ điều chế thuốc tập hợp dạng Flotol 7,9 từ hỗn hợp axit béo dầu dừa.

b. Đã nghiên cứu thăm dò trong phòng thí nghiệm công nghệ điều chế thuốc tập hợp dạng KTM, AAK từ các hỗn hợp axit béo dầu thực vật có chỉ số iod ≥ 80 .

c. Đã nghiên cứu thăm dò trong phòng thí nghiệm và khảo sát các thông số kỹ thuật, từ đó xây dựng công nghệ điều chế thuốc tập hợp dạng MTK bằng phương pháp oxy hóa hỗn hợp hydrocacbon từ dầu diezen có bán trên thương trường. Dựa trên số liệu phòng thí nghiệm đã tiến hành các nội dung nghiên cứu sau:

- Chế tạo được hệ thống thiết bị để sản xuất thuốc tuyển với công suất 20-30 kg nguyên liệu/ mẻ, sau đó hoàn thành việc cải tạo dây chuyền pilot thử nghiệm trên công suất 10 tấn sản phẩm hoạt chất/ năm (tương ứng ≈ 30 tấn thương phẩm/ năm).

- Xây dựng được quy trình công nghệ ổn định sản xuất thuốc phối chế thành dạng thương phẩm.

- Sản xuất được 850 kg thuốc tập hợp và thử thành công trên pilot tuyển bán công nghiệp của nhà máy tuyển Lào Cai vào cuối năm 1994 theo công nghệ không khử Slam của Phần Lan.

Các kết quả đạt được trong nghiên cứu cũng như trong thử nghiệm lớn là cơ sở khoa học tin cậy cho các nhà kinh doanh lập dự án góp vốn xây dựng xưởng chế tạo thuốc tập hợp từ nguyên liệu sẵn có để phục vụ cho nhà máy tuyển apatit hoạt động lâu dài.

II. Phương pháp nghiên cứu:

Trong công tác nghiên cứu chúng tôi đã sử dụng các phương pháp sau:

- Sử dụng phương pháp tổng hợp hữu cơ đi từ nghiên cứu thăm dò trong phòng thí nghiệm đến xây dựng các thí nghiệm theo mô hình ở điều kiện công nghiệp.

- Sử dụng các phương pháp phân tích định tính và định lượng (xác định chỉ số axit, chỉ số este, chỉ số iod, phương pháp sắc ký bản mỏng), các phương pháp phân tích hóa lý (phổ hồng ngoại, phổ tử ngoại, sắc ký khí lỏng) để phân tích, đánh giá nguyên liệu kiểm tra tiến trình phản ứng và đánh giá sản phẩm.
- Các sản phẩm thu được đã đem đánh giá tính khả tuyển một cách định tính theo phương pháp tuyển khoáng vật sạch apatit loại III sau đó thử tuyển trực tiếp đối với quặng apatit loại III trên các máy tuyển thí nghiệm cỡ 0,15 lít, 0,75 lít. Dựa trên kết quả tuyển nổi, chúng tôi điều chỉnh chế độ phản ứng và thay đổi thành phần cấu tử của thuốc để tìm ra được một đơn thuốc phù hợp với quặng apatit loại III.
- Từ kết quả phòng thí nghiệm đã xây dựng thí nghiệm lớn theo mô hình công nghiệp nhằm kiểm tra lại các thông số kỹ thuật, tính ổn định về quá trình, về thuốc tập hợp để tuyển thử bán công nghiệp trên pilot tuyển Lào Cai.

III. Kết quả nghiên cứu tính khả tuyển thuốc DPO-92 và DPO-93

Sau một thời gian nghiên cứu trong phòng thí nghiệm, Viện Hóa học Công nghiệp đã đưa ra hai loại thuốc tập hợp hữu cơ mang mã hiệu DPO-92 và DPO-93. Hai loại thuốc này đã được thử tuyển trong phòng thí nghiệm và quy mô bán công nghiệp.

1. Kết quả nghiên cứu thuốc tập hợp bằng phương pháp tuyển khoáng vật sạch apatit loại III.

Tuyển nổi khoáng vật sạch là phương pháp tuyển nổi không bọt trong ống Halimon cho phép xác định nhanh tính tập hợp của thuốc tuyển mà vẫn đảm bảo được độ tin cậy. Các thí nghiệm tuyển nổi được thực hiện trong cùng một điều kiện. Thể tích dung dịch tuyển: 150 ml; trọng lượng quặng apatit sạch 3g; nhiệt độ tuyển: nhiệt độ phòng; lượng không khí 200ml thời gian tuyển 5 phút; pH dung dịch tuyển ≈ 7 .

Các kết quả thử nghiệm tuyển được đánh giá theo quan hệ giữa nồng độ thuốc tập hợp được cấp vào dung dịch tuyển và lượng khoáng vật sạch được làm nổi (thực thu apatit sạch; %). Các loại thí nghiệm đối chứng với các mẫu thuốc của nước ngoài: Flotol (CHLB Đức), MTK (CHLB Nga), Kemploat 100, 200, 300 (CH Phần Lan). Từ đó chọn ra mẫu thuốc có tính khả tuyển tốt và đã xác định được nồng độ thuốc cần thiết để đạt được thực thu 98-100% là 0.06-0,07 g/l. Các mẫu thuốc chế tạo được có tính tập hợp khá cao không thua các loại thuốc nước ngoài:

Nồng độ thuốc g/l	Viện Hóa MSX 4-1 $\varepsilon\%$	Mẫu của Đức Flotisor $\varepsilon\%$	Mẫu của Nga MTK $\varepsilon\%$	Mẫu của Phần Lan	
				K100, 300 $\varepsilon\%$ (1/1)	K200 $\varepsilon\%$
0,02	60,0	83,8	-	55,7	-
0,03	82,9	98,5	-	-	60,0
0,04	91,4	100	63,2	81,4	87,1
0,05	98,6			-	98,6
0,06	100		95,6	100	
0,07			98,5		

2. Kết quả tuyển thử quặng apatit loại III trong phòng thí nghiệm

Các mẫu thuốc tuyển nổi thí nghiệm trên máy tuyển phòng thí nghiệm cỡ 0.751 trực tiếp đối với quặng apatit loại III mô phỏng theo sơ đồ công nghệ xưởng pilot Lào Cai, nhằm xác định khả năng tuyển nổi và xác định các chỉ tiêu công nghệ (β , ε , θ) của quá trình tuyển và chi phí của mỗi loại thuốc tuyển.

Quá trình gia công và chuẩn bị quặng cho nghiên cứu đã mô phỏng quá trình công nghệ chuẩn bị quặng ở nhà máy. Trong phòng thí nghiệm đã sử dụng nước Hà Nội và nước lấy tại xưởng pilot Lào Cai. Thí nghiệm đầu tiên được tiến hành heo sơ đồ tuyển nổi vòng hở, qua đó tìm điều kiện để tuyển nổi vòng kín với các điều kiện thí nghiệm thay đổi (độ mịn nghiền: -0,02mm; -0,015mm; -0,01mm; tỷ lệ phối trộn thuốc tập hợp; thay đổi nước sử dụng; không dùng nước tuần hoàn và sử dụng nước tuần hoàn; tuyển theo sơ đồ công nghệ khử Slam của Liên Xô và không khử Slam của Phần Lan). Đã điều chỉnh được chi phí thủy tinh lỏng và dùng nó để khống chế được lượng bọt và cải thiện được tính chất bọt. Kết quả các chỉ tiêu công nghệ đáp ứng được với thiết kế nhà máy (chi phí riêng thuốc tập hợp 400-500g/tấn quặng nguyên khai từ quặng đầu 15,8% P_2O_5 thu được $\beta\%$ P_2O_5 : 31,3-33,5%; $\theta\%$ P_2O_5 : 5,5-7,8%; ε = 65,1%; γ = 33,6-33,9%). Chúng tôi đã xác lập được công nghệ tuyển nổi đối với loại thuốc tập hợp chế tạo được. Các số liệu thu được làm cơ sở để thử nghiệm bán công nghiệp trên pilot.

3. Kết quả thử nghiệm tuyển nổi bán công nghiệp trên pilot tuyển Lào Cai

Năm 1993-1994 đã chế tạo được 650 kg thuốc tập hợp trên dây chuyền thí nghiệm lớn. Từ tháng 8 đến tháng 11/1994 đã thử tuyển bán công nghiệp số thuốc trên tại pilot tuyển Lào Cai. Quặng nguyên khai đưa vào tuyển với năng suất ~1 tấn/giờ, tuyển theo chế độ tuyển nổi không khử Slam, độ mịn nghiền quặng.

3a. Thử nghiệm mẫu quặng apatit loại III kho làng Dạ

* Tuyển bằng nước sạch: Kết quả thu được sau 3 ca chạy máy liên tục, ổn định: Chi phí thuốc tập hợp: 415g/tấn; Na_2SiO_3 Việt Trì modul 2,28: 1800g/tấn. Từ quặng đầu $\alpha = 18,2\% \text{P}_2\text{O}_5$ thu được quặng tinh $\beta = 34,56\% \text{P}_2\text{O}_5$; quặng đuôi $\theta = 6,27\% \text{P}_2\text{O}_5$; thực thu $\varepsilon = 80,07\% \text{P}_2\text{O}_5$; thu hoạch $\gamma = 42,16\%$).

* Tuyển bằng nước tuần hoàn: Kết quả thu được sau 3 ca chạy máy ổn định, liên tục:

Chi phí thuốc tập hợp: 415g/tấn; Na_2SiO_3 Việt Trì modul 2,28: 1800-1900g/tấn. Từ quặng đầu $\alpha = 18,1\% \text{P}_2\text{O}_5$ thu được quặng tinh $\beta = 33,47\% \text{P}_2\text{O}_5$; quặng đuôi $\theta = 6,25\% \text{P}_2\text{O}_5$; thực thu $\varepsilon = 80,54\% \text{P}_2\text{O}_5$; thu hoạch $\gamma = 43,55\%$).

3b. Thử nghiệm mẫu quặng apatit loại III hỗn hợp ở kho bãi quặng 3 nhà máy lớn

* Tuyển bằng nước sạch, kết quả sau 4,5 giờ chạy máy ổn định, liên tục.

Chi phí thuốc tập hợp 316g/tấn; Na_2SiO_3 Việt Trì modul 2,28: 1700-1800g/tấn. Từ quặng đầu $\alpha = 18,86\% \text{P}_2\text{O}_5$ thu được quặng tinh $\beta = 34,09\% \text{P}_2\text{O}_5$; quặng đuôi $\theta = 8,41\% \text{P}_2\text{O}_5$; thực thu $\varepsilon = 62,35\% \text{P}_2\text{O}_5$; thu hoạch $\gamma = 29,00\%$).

* Tuyển nổi bằng nước tuần hoàn, kết quả của 45 ca chạy máy ổn định liên tục.

Chi phí thuốc tập hợp: 305g/tấn; Na_2SiO_3 Việt Trì modul 2,28: 1700-1800g/tấn. Từ quặng đầu $\alpha = 15,38\% \text{P}_2\text{O}_5$ thu được quặng tinh $\beta = 34,26\% \text{P}_2\text{O}_5$; quặng đuôi $\theta = 9,13\% \text{P}_2\text{O}_5$; thực thu $\varepsilon = 56,01\% \text{P}_2\text{O}_5$; thu hoạch $\gamma = 25,69\%$).

Bảng 1: Kết quả tuyển quặng apatit loại III Lào Cai dùng thuốc tập hợp DPO-92 trong phòng thí nghiệm

Số TN	Độ mịn nghiền (mm)	Nước dùng thí nghiệm	Thuốc tuyển (g/T)		Quặng tinh			Quặng đuôi θP_2O_5	Hiệu quả tuyển E	Hệ số tạo bột chính K_{bc}
			Na_2SiO_3	Thuốc tập hợp M45 - PG ₂	$\gamma\%$	P_2O_5				
						β	ϵ			
1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11
1	-0.2	Hà Nội								
2	-0.2	"								
3	-0.15	"								
4	-0.15	"	1300	700	27.48	33.09	58.18	9.01	123.17	
5	-0.15	"	1500	800(20%PG ₂)	36.30	31.07	70.99	7.24	138.78	11.6/2
6	-0.15	"	1100	600	29.38	33.10	61.98	8.45	130.76	9.6/1.5
7	-0.15	"	1300	700	32.48	32.26	65.57	8.15	132.37	
8	-0.15	"	1500	750	25.52	35.20	56.60	9.25	125.55	
9	-0.1	"	1500	1000	25.33	35.00	55.55	9.50	121.82	
10	-0.1	"	1500	900(5%PG ₂)	31.06	32.94	64.60	8.13	134.32	
11	-0.1	"	1000	600(20%PG ₂)	29.52	33.75	63.34	8.18	135.89	
12	-0.1	"	1100	600	33.13	32.38	68.15	7.50	140.20	8.3/1.0
13	-0.1	"	1300	700	32.09	34.00	69.35	7.10	149.92	8.3/1.1
14	-0.1	"	1000	500	30.58	34.30	66.98	7.45	146.70	9.1/2.1
15	-0.1	"	1200	700	28.51	35.34	63.93	7.95	143.36	9.4/1.5
16	-0.1	"	1500	1000	35.00	30.59	68.29	7.65	133.21	8.4/1.1
17	-0.1	"	1500	1000(5%PG ₂)	35.54	31.11	70.24	7.27	138.24	
18	-0.1	"	1500	600(10%PG ₂)	34.82	33.30	72.92	6.60	152.73	8.1/0.1
19	-0.1	"	1500	700(10%PG ₂)	29.40	35.08	65.19	7.80	144.56	8.2/0.5
20	-0.1	"	1500	800(10%PG ₂)	40.68	30.94	79.56	5.45	155.60	8.0/0.5
21	-0.1	"	1700	800(10%PG ₂)	35.39	31.80	70.60	7.25	140.85	7.8/0.5
22	-0.1	"	1400	700(15%PG ₂)	33.62	32.82	69.92	7.15	145.43	7.2/0.4
23	-0.1	"	1400	700(20%PG ₂)	35.31	31.76	71.16	6.48	143.00	10.3/1.
24	-0.1	Lào Cai	1600	800(10%PG ₂)	31.82	34.38	69.46	7.05	151.62	
25	-0.1	"	1600	800(15%PG ₂)	35.06	33.50	74.01	6.35	156.22	
26	-0.1	"	1500	700(20%PG ₂)	32.91	33.04	68.91	7.31	144.28	
27	-0.1	"	2000	700(30%PG ₂)	46.93	29.72	87.83	3.65	164.38	9.2/0.2
28	-0.1	"	2000	600(30%PG ₂)	39.52	31.12	77.55	5.88	152.16	8.5/0.4
29	-0.1	"	2000	500(30%PG ₂)	38.56	32.42	78.97	5.42	161.73	6.5/0
30	-0.1	"	2000	450(30%PG ₂)	35.86	32.94	74.57	6.28	155.08	6.0/0
31	-0.1	"	2200	500(30%PG ₂)	38.02	31.92	76.71	5.94	154.78	6.6/0
32	-0.1	"	2500	400(20%PG ₂)	30.22	33.46	65.11	7.76	140.28	6.4/0.5
33	-0.1	"	2500	500(20%PG ₂)	32.59	33.34	68.74	7.26	145.88	5.7/0.4
			2200	500(25%PG ₂)	33.60	33.48	72.29	6.70	152.80	7.2/1.0
			1800	400(20%PG ₂)	35.48	33.54	75.36	6.03	160.08	8.1/1.5
			1800	400(20%PG ₂)	39.59	31.28	74.98	5.15	157.55	7.4/1.3

Bảng 2: Kết quả tuyển quặng apatit loại III Lào Cai dùng thuốc tập hợp DPO-93 trong phòng thí nghiệm

Số tt	độ mịn nghiền 007mm%	pH thuốc tuyển	Thuốc tuyển g/l			quặng tinh			Quặng đuôi	Hiệu quả tuyển	Hệ số tạo bọt tuyển chính	pH bùn tuyển chính
			Na ₂ Si	DO	PO	$\gamma\%$	β	ϵ				
1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13
1	85	7,5	1800	1000	-	34.15	33.50	72.78	6.50	155.09	5.3/1.4	8.6
2	85	7.5	1600	720	80	29.48	35.00	65.10	7.84	143.75	7.2/1.5	8.6
3	85	7.5	1500	1000	-	33.50	34.02	71.94	6.55	156.57	5.1/1.4	8.6
4	85	7.8	2000	640	160	27.60	35.12	62.38	8.70	140.97	7.0/2.0	8.6
5	85	7.8	1800	1000	-	35.25	33.48	73.90	6.43	154.95	5.2/1.4	8.6
6	85	8.0	1800	640	160	39.21	31.52	78.92	5.43	158.85	7.3/1.7	8.6
7	85	8.4	1800	640	160	30.77	35.96	67.35	7.75	147.42	6.8/1.6	8.6
8	85	9.0	2000	560	140	31.08	35.4	7.71	7.67	147.5	7.0/2.1	8.6
9	70	8.5	2500	500	50	31.17	31.98	034	9.52	116.81	6.0/1.6	8.8
10	72	8.5	2200	480	40	32.82	31.44	62.92	9.05	120.92	6.2/1.4	8.8
11	75	8.5	2000	500	50	37.79	30.32	68.36	8.52	123.68	6.2/1.5	8.8
12	75	8.5	2000	420	30	35.70	30.2	67.18	8.20	126.42	6.8/1.4	8.8
13	85	8.5	1800	720	80	34.85	33.42	72.30	8.85	150.00	7.0/2.2	8.0
14	85	8.5	2000	630	70	30.25	35.56	68.08	7.23	153.25	6.0/1.2	8.6
15	85	8.5	2000	570	30	36.67	32.74	75.79	5.96	157.45	5.8/1.2	8.8
16	85	8.5	2000	570	30	36.41	32.28	74.15	6.45	145.10	6.2/1.2	8.7
17	85	8.5	2000	500	50	36.85	31.19	70.00	7.80	132.96	7.6/2.8	8.7
18	90	8.5	2000	420	80	37.53	31.32	74.92	6.30	149.54	7.1/1.7	8.7
19	90	8.5	2000	420	80	34.81	32.50	74.13	6.06	154.89	6.8/1.8	8.7
20	95	8.5	2000	400	100	35.29	32.36	77.27	5.20	169.17	6.7/1.5	8.8
21	100	8.5	2000	450	50	36.88	33.33	77.55	5.63	163.08	6.8/1.4	8.7
22	100	8.5	2000	450	50	30.53	35.73	69.00	7.06	155.93	5.2/1.1	8.7
23	100	8.5	2000	450	50	38.78	32.96	80.44	5.07	166.85	7.2/1.6	8.7
24	100	8.5	2000	400	100	32.92	34.19	71.83	6.58	156.72	7.0/1.7	8.7
25	100	8.5	2000	400	100	38.57	32.4	77.14	6.04	154.29	7.0/1.8	8.7

1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13
26	85	8.5	2000	570	30	36.67	33.40	73.56	6.95	146.36	5.3/1.2	88
27	85	8.5	2000	570	60	40.25	32.68	79.53	5.66	157.13	5.5/1.1	88
28	85	8.5	2000	570	100	43.75	32.38	81.47	5.74	151.61	7.3/1.8	88
29	85	8.5	2000	570	30	37.66	30.54	70.00	7.91	130.09	6.8/1.8	88
30	92	8.5	2000	450	50	39.36	32.22	77.61	6.04	153.04	7.2/2.1	88
31	90	8.5	2000	570	30	40.25	32.40	79.50	6.35	154.45	7.6/2.6	88
32	90	8.5	2000	450	50	35.71	34.00	70.18	8.02	137.93	7.8/2.8	89
33	90	8.5	2000	480	30	34.29	34.00	65.47	9.30	117.98	7.4/2.6	88
34	90	8.5	2000	500	50	3.60	33.4	69.01	8.80	130.12	7.6/2.0	89
35	90	8.5	2000	550	50	39.61	32.28	70.61	9.08	118.44	7.4/2.4	89
36	90	8.5	2000	500	50	38.52	32.68	72.14	7.91	118.02	7.4/2.4	89

1. Mẫu quặng dầu :

- Từ TN1 - TN25 : hàm lượng quặng dầu - 15,8% P_2O_5
Có 32.62 % cấp - 0,074mm trong nguyên khai
- Từ TN26 - TN30 : hàm lượng quặng dầu - 17% P_2O_5
Có 36.43% cấp - 0,074mm trong nguyên khai
- Từ TN31 - TN36 : hàm lượng quặng dầu - 18% P_2O_5
Có 13.6% cấp - 0,074mm trong nguyên khai

2. Nước dùng tuyển :

- Các TN 1 - 8 : Nước Hà Nội
- Các TN 8 - 36 : Nước Lào Cai

3. Máy tuyển TN :

- Các TN : 18, 21, 23, 36 : Máy 3L
- Các TN còn lại : Máy 0.75L

Bảng 3: Kết quả thử nghiệm bán công nghiệp thuốc DPO-92 để tuyển nổi quặng apatit loại III trên pilot tuyển Lào Cai

Số thứ tự	Điều kiện thí nghiệm	Ký hiệu mẫu	Hàm lượng P ₂ O ₅		Thực thu P ₂ O ₅
			Quặng tinh	Quặng đuôi	
1	1) Hàm lượng P ₂ O ₅ %	M30:N30	30,19	10,69	66,46
2	- Quặng đầu 18,73	M31:N31	32,35	6,78	80,72
3	- Tầng sót 19,96	M32:N32	32,13	9,01	72,12
4	2) Thuốc tuyển				
5	- Thủy tinh lỏng 2000g/T	M33:N33	27,86	9,96	72,87
	- DPO 1150g/T	M34:N34	30,20	8,73	75,10
1	1) Hàm lượng P ₂ O ₅ %	M35:N35	30,04	12,07	62,82
2	- Quặng đầu 19,06	M36:N36	33,91	11,36	60,75
3	- Tầng sót 21,60	M37:N37	32,31	10,81	64,76
4	2) Thuốc tuyển g/T	M38:N38	27,84	8,71	79,15
5	- Thủy tinh lỏng 2000	M39:N39	28,41	11,68	67,47
	- DPO 1000g/T				
1	1) Hàm lượng P ₂ O ₅ %	M53:N53	32,77	15,49	34
2	- Quặng đầu 19,04	M54:N54	32,71	16,87	23,55
3	- Tầng sót 20,30	M55:N55	31,71	15,16	37,58
4	2) Thuốc tuyển g/T	M57:N57	31,82	14,92	40
5	- Thủy tinh lỏng 1200	M58:N58	31,17	15,84	34,17
6	- DPO 700g/T	M59:N59	31,59	15,40	37,30
7		M60:N60	30,52	14,51	47,46
8		M61:N61	30,03	15,05	49,25
9		M62:N62	32,61	13,32	50,72
1	1) Hàm lượng P ₂ O ₅ %				
2	- Quặng đầu 19,10	M97:N97	34,60	7,21	85,75
3	- Tầng sót 21,00				
4	2) Thuốc tuyển g/T	M99:N99	31,39	4,30	89,78
5	- Thủy tinh lỏng 2000	M100:N100	28,53	3,60	93,59
6	- DPO 1100	M101:N101	27,26	3,34	94,03
7		M102:N102	30,46	2,91	93,71
8		M103:N103	28,80	6,12	86,83
1	1) Hàm lượng P ₂ O ₅ %	M105:N105	31,81	9,46	71,39
2	- Quặng đầu 18,76	M106:N106	36,55	8,92	69,31
3	- Tầng sót 21,00	M107:N107	29,07	7,76	79,98
4	2) Thuốc tuyển g/T				
5	- Thủy tinh lỏng 2000				
6	- DPO 1000				
7		M111:N111	33,70	4,30	90,90
8		M112:N112	34,31	3,21	91,38

Bảng 4: Kết quả thử nghiệm bán công nghiệp thuốc DPO-93 để tuyển nổi quặng apatit loại III trên pilot tuyển Lào Cai

TT	Số hiệu mẫu	Hàm lượng quặng vào P_2O_5 %	Quặng tinh % P_2O_5	Quặng thải % P_2O_5	Chế độ Tuyển nổi		% -0,071 mm	pH
					Nồng độ bùn vào thùng khuấy %	Nồng độ trong máy tuyển chính %		
1	190	18.5	39.38		31		97	
2	191		39.38					
3	192		31.89	10.63		18		
4	193		29.06	9.56				
5	194		27.11	8.64				
6	195	18.5	28.61	6.74		11		
7	196		31.50	5.74			96	
8	197		30.31	5.67				
9	198		30.31	5.84		14		
10	199		30.31	5.74				
11	200		29.62	5.93				9.5
12	201		28.83	5.64				
13	202	19.1	30.50	5.84	41			
14	203		34.02	5.55				
15	204		33.13	5.55				
16	205		34.61	4.47		18		
17	206		34.38	5.74	46			8.8
18	207		34.08	4.47				
19	208		32.80	3.59			95	
20	209		32.00	4.76				
21	210		35.69	4.47			93	
22	211		35.14	3.78				
23	212		36.71	4.47				
24	213	17.46	36.61	5.06	49			
25	214		35.50	5.93				
26	215	18.15	37.69	7.05		18		9.2
27	216		35.78	6.22				
28	217		37.28	6.03	47		93	
29	218		37.37	6.82				
30	219		36.10	6.33				
31	220		35.00	7.13		15		
32	221		35.17	6.62				
33	222		35.29	7.41				
34	223		37.26	7.14				
35	224		32.41	8.12				
36	225		32.81	7.73	30	17	91	
37	226		32.00	6.52				
38	227		30.75	6.55		13		
39	228		30.19	6.48				
	Trung bình	18.1	33.47	6.24	40	16	94	9.1

* Thuốc DPO-93:

Từ kết quả thử tuyển thuốc tập hợp DPO-92 Viện Hoá Học Công Nghiệp tiếp tục tổ chức nghiên cứu và tạo ra một loại thuốc tập hợp mới mang ký hiệu DPO-93. Thuốc DPO-93 đã được thử tuyển ở qui mô bán công nghiệp (kết quả ở bảng 4) và đã đưa vào sản xuất thử công nghiệp với 45 ca chạy liên tục cho kết quả ở bảng 5. Từ kết quả thử nghiệm thuốc tập hợp DPO-93 trên dây chuyền Pilot và sản xuất 45 ca trong sản xuất công nghiệp cho thấy:

- Thuốc DPO-93 đưa vào thử tuyển trên dây chuyền Pilot của nhà máy tuyển với công nghệ không khử slam cho kết quả khả quan, chế độ công nghệ làm việc ổn định. Kết quả các chỉ tiêu công nghệ thu được về quặng tinh đạt 33,47% hàm lượng P_2O_5 , quặng thải còn hàm lượng P_2O_5 là 6,24% với các chỉ tiêu này có thể nói các thông số đạt được tương đương với thuốc của nước ngoài kể cả về thu hoạch và thực thu P_2O_5 .

- Với kết quả đạt được của thuốc tập hợp DPO-93 khi thử nghiệm trên dây chuyền Pilot, Viện Hoá Học Công Nghiệp tiếp tục nghiên cứu và dần dựng cơ sở Pilot sản xuất 20 tấn thuốc tập hợp và đã tiến hành đưa vào thử tuyển trong sản xuất công nghiệp 15 ca liên tục (vào tháng 10 -1996). Kết quả sử dụng thuốc DPO-93 tuyển công nghiệp (ở bảng 5) cho thấy có sự khác biệt so với tuyển thử trên dây chuyền Pilot. Đó là hàm lượng quặng tinh đạt yêu cầu thương phẩm : >32 % P_2O_5 nhưng hàm lượng quặng đuôi thải hàm lượng P_2O_5 còn quá cao (8,54%) trong khi đó khi tuyển ở điều kiện Pilot chỉ là 6,24% P_2O_5 . Thuốc tuyển DPO-93 khi tuyển công nghiệp tuyển nổi của nhà máy.

Ngoài ra thuốc tập hợp DPO-93 trong sản xuất còn có nhược điểm đó là: Pha PO khó tan, trước khi đưa vào sử dụng phải qua công đoạn đun nóng chảy tại nhà máy làm khó khăn cho quá trình thao tác và vận hành của nhà máy. Phần sản xuất DO theo công nghệ oxy hoá paraffin được tách ra từ dầu D.O. Việc tách Paraffin ra khỏi dầu làm cho công nghệ phức tạp, hiệu suất thấp, đặc biệt là vấn đề chất thải

gây ô nhiễm môi trường (thực tế sản xuất cho thấy để đưa 1 tấn sản phẩm DO, thải ra môi trường 3 tấn phế thải chưa kể khí thải).

Tuy nhiên, thuốc tuyển DPO-93 của Viện Hoá Học Công Nghiệp là kết quả của một công trình nghiên cứu khoa học đã có những ưu điểm đó là: tính tập hợp cao, hàm lượng quặng tinh cao, các thông số kỹ thuật như quặng tinh, quặng đuôi, thực thu và thu hoạch P_2O_5 theo đánh giá của nhà máy tuyển là tương đương với thuốc tập hợp của Thụy Điển đang sử dụng để sản xuất công nghiệp tại thời điểm đó (tức là năm 1996,1997).

Từ các kết quả đó, năm 1998, Viện Hoá Học Công Nghiệp đã tiếp tục đề nghị với Bộ công nghiệp và Tổng công ty Hoá chất Việt Nam cho xây dựng dự án sản xuất thử nghiệm thuốc tập hợp DPO=93 với công thức 120 tấn/ năm hoạt chất, chúng tôi xin trình bày kết quả ở phần thứ hai.

Bảng 5: Kết quả sử dụng thuốc DPO-93 sản xuất 15 ca liên tục trên dây chuyền sản xuất nhà máy năm 1996

TT	Hàm lượng quặng vào %	Quặng tinh (%)	Quặng đuôi (%)	Thu hoạch γ	Thực thu ϵ
1	14,38	31,11	9,66	22	47
2	14,29	33,67	8,36	22	51,8
3	15,08	33,12	7,56	29	63,7
4	13,8	33,75	8,31	21,5	52,7
5	14,3	34,26	9,34	19,9	47,6
TB	14,37	33,18	8,64	22,88	52,56

C. GIAI ĐOẠN THỨ HAI (TỪ NĂM 1998 - 2001)

KẾT QUẢ NGHIÊN CỨU KHCN - XÂY DỰNG DỰ ÁN - NGHIÊN CỨU PHÁT TRIỂN. THUỐC TẬP HỢP HỮU CƠ DPO-93, VH-2K2 VÀ VH-2000 LÀM THUỐC TUYẾN NỔI QUẶNG APATÍT LOẠI III LÀO CAI .

I/ Kết quả triển khai dự án sản xuất thử nghiệm (dự án P cấp bộ và Tổng công ty)- Dự án xây dựng dây chuyền sản xuất thử nghiệm thuốc tuyến DPO-93 công suất 120 tấn/năm (phần chi tiết ở phụ lục 1)

- Dự án được thành lập trên cơ sở kết quả nghiên cứu của đề tài KC-06-01 thuộc chương trình KC-06 “Hoá dầu và vật liệu hoá” (1991-1995) đã được thử nghiệm trên dây chuyền công suất 20 tấn/ năm và kết quả thử nghiệm thành công trên dây chuyền tuyến công nghiệp tại nhà máy tuyến quặng Apatít loại III Lào Cai năm 1996.

- Mục tiêu của dự án: Xây dựng một dây chuyền sản xuất thử nghiệm thuốc tuyến DPO-93 qui mô bán công nghiệp công suất 120 tấn/ năm (100% hoạt chất) nhằm: Hoàn thử qui trình công nghệ sản xuất ở qui mô lớn, xác định các thông số kỹ thuật trên cơ sở đó tiến tới lập dự án đầu tư xây dựng một dây chuyền sản xuất thuốc tuyến DPO-93 ở qui mô công nghiệp, có công suất đáp ứng đủ nhu cầu thuốc tuyến của nhà máy tuyến quặng Apatít loại III Lào Cai . Đồng thời sản xuất và cung cấp một sản lượng sản phẩm DPO-93 đủ để chạy thử tuyến liên tục, dài ngày trên dây chuyền tuyến công nghiệp- nhằm hiệu chỉnh các thông số kỹ thuật - công nghệ tuyến, xác lập các chỉ tiêu trên kinh tế kỹ thuật phù hợp cho tuyến quặng loại III Lào Cai .

- Năm 1998 với sự hỗ trợ kinh phí của Bộ công nghiệp và của Tổng công ty Hoá chất Việt Nam, Viện Hoá Học Công Nghiệp đã tự thiết kế chế tạo lắp đặt thành công dây chuyền sản xuất DPO-93 với công suất 120 tấn/ năm (hoạt chất 100%). Với sự cải tiến của hệ thống gia nhiệt bằng điện của dây chuyền 20 tấn/ năm trước đây của dự án thay bằng hệ thống gia nhiệt bằng hơi nước đã cho phép tự

Bảng 6

Ngày	Bước vào tuyến %			Sản phẩm %			Thu hoạch γ	Thực thu ε	Ghi chú
	% rắn	-0,074 mm	P ₂ O ₅ (T)	Q tính P ₂ O ₅	Quặng thải				
					P ₂ O ₅	% rắn			
17.10.99	35,37	68,81	14,75	36,95	6,49	15,20	27,11	67,91	
18.10.99	36,54	76,74	15,27	33,59	8,52	19,04	26,90	59,17	
19.10.99	34,83	79,34	16,08	35,61	7,92	13,52	29,46	65,24	
20.10.99	38,00	65,00	15,06	32,30	7,95	14,00	29,19	62,60	
21.10.99	35,37	71,72	15,15	34,90	8,01	15,41	26,55	61,16	
22.10.99	35,21	81,40	15,39	36,32	8,28	17,91	25,35	59,82	
23.10.99	34,82	81,87	16,48	35,34	8,81	15,65	28,90	61,97	
24.10.99	35,47	78,70	16,36	35,79	9,10	19,54	27,20	59,50	
25.10.99	36,62	84,02	15,95	33,52	8,71	17,62	29,18	61,30	
26.10.99	36,29	82,05	15,53	33,73	9,47	16,21	24,98	54,25	
27.10.99	35,75	80,05	15,35	33,60	10,67	17,2	20,04	43,86	
TB	35,84	77,24	15,57	34,69	8,53	16,46	26,71	59,50	

Trong thời gian sản xuất công nghiệp (11 ngày liên tục) chế độ thuốc tuyến thường xuyên được điều chỉnh trong phạm vi hẹp nhằm ổn định các chỉ tiêu sản phẩm, chế độ thuốc thuốc và môi trường được điều chỉnh như sau:

- Chi phí thuốc DPO-93 - 330 đến 400 gam/ tấn quặng 3 vào
- Chi phí thủy tinh lỏng - 1.000 - 1.200 gam/ tấn

- Chi phí soda (Na_2CO_3) - 400 - 500 gam / tấn
- Năng suất quặng 3 vào tuyển từ 90 đến 95 T/ giờ

Kết quả dùng thuốc tập hợp DPO-93 (được sản xuất thử nghiệm trên dây chuyền Pilot 120 tấn/ năm năm 1998) để sản xuất công nghiệp cho thấy:

- Thuốc tập hợp DPO-93 có tính tập hợp và chọn lọc được đúng với thuốc DPO-93 sản xuất thử công nghiệp năm 1996. Đặc biệt là quặng tinh thải có hàm lượng P_2O_5 tương đương nhau (so sánh bảng 4 và bảng 5). Tuy vậy, năm 1999, khi sản xuất công nghiệp năng suất quặng III đưa vào tuyển cao hơn hẳn (năm 1996 là 75 tấn/ giờ và năm 1999 quặng III vào tuyển là 90-95 T/ giờ). Vì vậy, năm 1999 trong quá trình sản xuất công nghiệp, bột bị tràn ra các khoang máy, gây cản trở cho việc vận hành công nghệ.

Trong một số chỉ tiêu đạt được so với năm 1996, nhưng so sánh tại thời điểm này, thuốc tuyển của Thụy Điển đã có những bước cải tiến đột phá quan trọng họ đã tạo ra mã số thuốc mới đó là thuốc tập hợp MD-20245 có thể tập hợp và chọn lọc hơn hẳn chính bản thân thuốc của họ vào năm 1996. So sánh thuốc tập hợp DPO-93 của Viện Hoá Học Công Nghiệp và thuốc MD-20245 ta thấy:

- Về quặng tinh hàm lượng P_2O_5 hai loại thuốc này đều tương đương nhau (hàm lượng $\text{P}_2\text{O}_5 > 33\%$)

- Về quặng thải hàm lượng khi dùng tuyển MD-20245 khi từ 6-6.5% (năm 1996 là >8%). Khi dùng thuốc DPO-93 khoảng từ 8 - 8,5% (tương tự kết quả năm 1996). Như vậy quặng thải khi dùng thuốc DPO-93 có hàm lượng cao hơn từ 2 đến 2,5% P_2O_5 .

- Tính chất bột khi dùng DPO-93 bộc lộ nhược điểm đáng kể đó là: Bột dai khó vỡ, biên độ điều chỉnh hẹp, tính tập hợp kém và theo kết luận của nhà máy là không phù hợp với công nghệ tuyển hiện nay khi không tách tầng sót và không khử slam.

- Thu hoạch của nhà máy khi dùng thuốc DPO-93 chỉ đạt 26 đến 27% (thuốc của Thụy Điển là hơn 30%) thực thu P_2O_5 thấp chỉ đạt khoảng 60% (thuốc Thụy Điển đạt hơn 70%).

Với các kết quả nêu trên công ty Apatít Việt Nam đã đề nghị dừng đưa vào sản xuất thuốc tập hợp DPO-93, đồng thời đề nghị Viện tiếp tục tổ chức nghiên cứu nhằm nâng cao chất lượng sản phẩm để không ảnh hưởng tới hiệu quả kinh tế của nhà máy, mặt khác công ty Apatít và Viện Hoá Học Công Nghiệp đã đồng ý đưa vào phối trộn dân với thuốc MD-20245 của Thụy Điển số lượng thuốc này viện đã sản xuất .

II/ Kết quả nghiên cứu phát triển thuốc tập hợp hữu cơ VH-2K2 và VH-2000 để tuyển nổi quặng Apatít loại III Lào Cai .

Như đã trình bày ở phần I, do việc sử dụng thuốc tập hợp DPO-93 vào sản xuất công nghiệp không đạt các chỉ tiêu kinh tế kỹ thuật của nhà máy, nhà máy đã yêu cầu Viện Hoá Học Công Nghiệp không sản xuất DPO-93 mà phải nghiên cứu cải tiến tiếp. Xuất phát từ nhu cầu bức xúc của nhà máy, Viện Hoá Học Công Nghiệp đã tạm dừng sản xuất thuốc tập hợp DPO-93 và đã tiến hành tổ chức nghiên cứu phát triển nhằm khắc phục nhược điểm của thuốc nội và nâng cao chất lượng sản phẩm tạo khả năng cạnh tranh với thuốc ngoại.

Nội dung nghiên cứu phát triển, nghiên cứu cải tiến tạo ra bước đột phá về mặt công nghệ và sản phẩm thuốc tập hợp VH-2K2 và VH-2000 bao gồm những nội dung sau:

1. “ Nghiên cứu chế tạo thuốc tập hợp hữu cơ dạng DPO-93 để tuyển nổi quặng Apatít loại III Lào Cai từ nguyên liệu paraphin lỏng tách ra từ dầu diezen (đề tài cấp Bộ).
2. Nghiên cứu cải tiến tính tan của thuốc tuyển PO-93 (đề tài cấp Tổng công ty).

3. Nghiên cứu công nghệ sản xuất axit béo từ nguồn dầu thực vật công nghiệp và phế thải công nghiệp làm thuốc tuyển quặng Apatít loại III Lào Cai (đề tài cấp Bộ)

4. Nghiên cứu nâng cao chất lượng thuốc tuyển quặng Apatít loại III Lào Cai (đề tài cấp Tổng công ty)

5. Nghiên cứu thành công, công nghệ phối trộn tạo ra được thuốc tuyển quặng VH-2K2 và VH-2000 có tính chọn lọc và tập hợp cao, phù hợp với công nghệ tuyển hiện nay của nhà máy. Chúng tôi xin trình bày tóm tắt kết quả nghiên cứu KHCN của 5 đề tài như sau:

Báo cáo tóm tắt kết quả NCKHCN Đề tài số 1

NGHIÊN CỨU CHẾ TẠO THUỐC TẬP HỢP HỮU CƠ DẠNG DPO-93 ĐỂ TUYỂN NỔI QUẶNG APATIT LOẠI III LÀO CAI TỪNGUYÊN LIỆU PARAFIN LỎNG THAY THẾ CHO NGUYÊN LIỆU PARAFIN TÁCH RA TỪ DẦU DIEZEN

(Xem chi tiết phụ lục số 2)

Trong công nghệ chế tạo thuốc tập hợp hữu cơ dùng để tuyển nổi quặng apatit loại III Lào Cai một trong thành phần quan trọng của tập hợp này là DO đó là sản phẩm oxy hóa parafin lỏng có nhiệt độ sôi từ 275-350°C và 350-450°C. Tại thời điểm đầu, Viện Hóa học Công nghiệp đã sử dụng phân đoạn parafin lỏng của mỏ dầu Bạch Hổ Việt Nam sản xuất được sản phẩm DPO-93 dùng để tuyển quặng apatit loại III Lào Cai. Sản phẩm này đã được thử nghiệm tuyển thử trong phòng thí nghiệm và quy mô bán công nghiệp và đã được đánh giá là tương đương với sản phẩm nhập ngoại.

Tuy nhiên, khi áp dụng vào sản xuất, công nghệ đã gặp phải trở ngại lớn:

- Công nghệ sản xuất phức tạp trong khâu sunphuric hóa dầu DO để tách parafin lỏng.

- Lượng chất thải lớn (5,5 tấn chất thải/ 1 tấn sản phẩm) việc xử lý lượng chất thải này rất tốn kém và phức tạp.

Xuất phát từ những khó khăn trong công nghệ sản xuất thuốc tuyển. Viện Hóa học Công nghiệp đã tập trung nghiên cứu công nghệ sử dụng trực tiếp parafin lỏng trên thị trường trong quá trình oxy hoá. Giải quyết được công nghệ này sẽ đem lại hiệu quả kinh tế cao, dây chuyền sản xuất sẽ được đơn giản hóa và đặc biệt trong khâu xử lý môi trường.

Từ những năm 1996, một số công ty nước ngoài chào bán parafin lỏng trên thị trường Việt Nam. Một số parafin lỏng đó có thành phần gần giống với parafin lỏng tách từ dầu DO. Viện Hóa học Công nghiệp đã được Tổng Công ty phê duyệt đề tài "*Nghiên cứu chế tạo thuốc tuyển DPO-93 trực tiếp từ nguyên liệu parafin lỏng thay thế nguyên liệu dầu DO*".

Mục đích của đề tài là xây dựng quy trình công nghệ sản xuất thuốc tập hợp DPO-93 trên cơ sở oxy hóa trực tiếp parafin lỏng có sẵn trên thị trường. Và để đạt được mục đích, đề tài đã thực hiện các nội dung:

- Khảo sát nguồn parafin lỏng trên thị trường, lựa chọn nguồn nguyên liệu thích hợp và có khả năng cung cấp ổn định.

- Nghiên cứu các yếu tố trong quá trình oxy hóa parafin lỏng.

- Thử nghiệm đánh giá sản phẩm.

Sau một thời gian thực hiện đề tài đã thu được các kết quả:

1. Đã khảo sát, phân tích lựa chọn parafin lỏng thích hợp cho phản ứng oxy hóa

Từ các nghiên cứu thăm dò, phân tích xác định thành phần phân đoạn hydrocarbon trong các mẫu parafin lỏng chào hàng, so sánh với thành phần phân đoạn hydrocarbon trong parafin lỏng tách ra từ dầu DO Viện đã xác định được 4 mẫu nguyên liệu parafin lỏng có thành phần phân đoạn hydrocarbon tương tự với parafin lỏng tách ra từ dầu DO. Đó là các mẫu của công ty Leacon (nhập từ Trung Quốc) cho các chỉ tiêu kỹ thuật phù hợp với mẫu tách ra từ DO và đã chọn nguyên liệu này làm đối tượng nghiên cứu tiếp theo.

2. Đã khảo sát cơ chế của quá trình oxy hóa parafin để tạo ra axit béo và các hợp chất chứa oxy khác phục vụ cho mục đích tuyển nổi và đã rút ra nhận xét phản ứng oxy hóa parafin là một quá trình phức tạp đòi hỏi nghiên cứu kỹ các yếu tố động học, cấu tạo thiết bị thì mới đạt được sản phẩm mong muốn.

3. Đã nghiên cứu quá trình oxy hóa trực tiếp mẫu parafin lỏng nguyên liệu nhập khẩu từ Trung Quốc

Trong quá trình khảo sát phản ứng oxy hóa parafin lỏng đề tài đã rút ra một số yếu tố động học quá trình phản ứng.

3.1. Ảnh hưởng của nhiệt độ đến quá trình phản ứng.

Bảng 7: Ảnh hưởng của nhiệt độ đến quá trình phản ứng

Chế độ phản ứng: V_{kk} : 100 l/giờ

Xúc tác: 0,1%

$T_{phản ứng}$: 5 giờ

Lượng parafin: 100 g

Nhiệt độ °C	CSA mg KOH/g	CSX mg KOH/g	CSE mg KOH/g
110	5,90	71,9	65,50
120	6,96	95,3	88,34
130	42,20	128,3	92,10
140	44,50	138,4	93,90
150	47,30	146,5	99,20

3.2. Ảnh hưởng của nồng độ xúc tác lên quá trình phản ứng

Bảng 8: Ảnh hưởng của nồng độ xúc tác lên quá trình phản ứng

Chế độ phản ứng: V_{kk} : 100 l/giờ

Nhiệt độ phản ứng: 140°C

$T_{\text{phản ứng}}$: 5 giờ

Lượng parafin: 100 g

Hàm lượng xúc tác trên nguyên liệu %	CSA mg KOH/g	CSX mg KOH/g	CSE mg KOH/g
0,05	4,2	25,4	21,2
0,1	44,5	138,4	93,9
0,2	30,7	107,1	76,4

3.3. Ảnh hưởng của tốc độ sục khí lên quá trình phản ứng

Bảng 9: Ảnh hưởng của tốc độ sục khí lên quá trình phản ứng

Chế độ phản ứng: V_{kk} : 100 l/giờ

Nhiệt độ phản ứng: 140°C

$T_{\text{phản ứng}}$: 5 giờ

Nồng độ xúc tác: 0,1%

V_{kk} l/giờ	CSA mg KOH/g	CSX mg KOH/g	CSE mg KOH/g
80	24,3	118,1	93,8
100	44,5	138,4	93,9
120	45,2	142,3	97,1
150	45,9	145,8	99,9

3.4. Ảnh hưởng của thời gian lên quá trình phản ứng

Bảng 10: Ảnh hưởng của thời gian lên quá trình phản ứng

Chế độ phản ứng: V_{kk} : 100 l/giờ

Nhiệt độ phản ứng: 140°C

Lượng parafin: 100 g

Nồng độ xúc tác: 0,1%

Thời gian phản ứng giờ	CSA mg KOH/g	CSX mg KOH/g	CSE mg KOH/g
3	18,2	64,3	46,1
4	32,3	112,1	79,8
5	44,5	138,4	93,9
6	45,2	160,6	115,4

Từ các kết quả khảo sát yếu tố nhiệt động học, Viện đã rút ra kết luận về các thông số trong quá trình oxy hóa parafin lỏng:

- Nhiệt độ phản ứng:
 - + Giai đoạn đầu: 150°C
 - + Sau 2 giờ phản ứng: 140°C
- Vận tốc sục khí: 100 l/giờ
- Xúc tác: 0,1%
- Tỷ lệ parafin lỏng/ parafin thu hồi: 1-1,25
- Thời gian phản ứng: 3-4,5 giờ

Cùng với các kết quả về các thông số nhiệt động trong quá trình oxy hóa parafin, Viện cũng đã xây dựng được quy trình công nghệ chế tạo thuốc tập hợp DO-93 từ parafin lỏng đồng thời cũng đã sơ bộ đánh giá định mức tiêu hao nguyên liệu/ tấn sản phẩm và so sánh thành phần chất thải ra môi trường của quá trình sản xuất sản phẩm DO-93 từ dầu DO với sản phẩm trực tiếp từ parafin lỏng nhập khẩu từ Trung Quốc.

4. Với sản phẩm DO-93 thu được, Viện đã khảo sát thí nghiệm tuyển nổi quặng apatit loại III Lào Cai trong phòng thí nghiệm và đã rút ra được nhiều nhận xét quan trọng về các chỉ tiêu công nghệ tuyển nổi (phụ lục 2).

KẾT LUẬN :

- Đã tìm ra nguồn nguyên liệu parafin lỏng có thành phần phân đoạn tương đương với parafin lỏng tách từ dầu DO, có khả năng cung cấp ổn định, lâu dài cho việc sản xuất ở qui mô công nghiệp.

- Đã nghiên cứu đưa ra được qui trình công nghệ sản xuất thuốc dạng DO-93 bằng phương pháp oxi hoá trực tiếp parafin lỏng có sẵn trên thị trường (Giảm bớt được 2 công đoạn độc hại và ô nhiễm môi trường khi sản xuất từ dầu DO)

Thuốc tuyển DO-93A có các chỉ tiêu kỹ thuật tương đương với thuốc tuyển DO-93.

- Đã thí nghiệm tuyển nổi sơ bộ trên quặng apatit loại III Lào cai trong PTN với thuốc tuyển DPO-93A và DPO-93 tính khả tuyển tương đương.

**NGHIÊN CỨU CẢI TIẾN TÍNH TAN CỦA
THUỐC TUYỂN PO-93**
(Xem chi tiết phụ lục số 3)

Thuốc tập hợp tuyển nổi quặng apatit loại III Lào Cai do Viện Hóa học Công nghiệp nghiên cứu sản xuất gồm 2 thành phần chính: phần PO và phần DO. Thuốc tập hợp PO được sản xuất từ nguyên liệu chính là các axit béo thực vật, động vật. Thuốc đã được thử nghiệm trong tuyển nổi quặng apatit loại III Lào Cai cho kết quả rất khả quan. Nhược điểm tồn tại của thuốc trong công nghệ tuyển nổi là khó tan trong nước ở nhiệt độ thường gây khó khăn trong quá trình sản xuất. Xuất phát từ các đặc điểm của thuốc, Viện Hóa học Công nghiệp đã xây dựng đề tài: *“Nghiên cứu cải tiến tính tan của thuốc tuyển PO-93”*.

Mục tiêu của đề tài là đưa ra được quy trình sản xuất thuốc PO-93 ổn định, đảm bảo chất lượng sản phẩm, đưa ra sử dụng trong tuyển quặng, không phải dùng nước nóng để pha mà dùng nước công nghiệp bình thường.

Nội dung của đề tài là nghiên cứu các phụ gia bổ sung đó là các chất vừa có tính phân ly tốt trong nước, vừa mang tính phân tán và đề chìm đồng thời nghiên cứu thử tuyển và cuối cùng đưa ra được quy trình công nghệ sản xuất ổn định có khả năng áp dụng và thực tế sản xuất.

Kết quả nghiên cứu:

- Sau một thời gian nghiên cứu, đề tài đã tìm được chất phân ly tốt trong nước mang lại tính điều chỉnh môi trường và tạo điều kiện để thuốc PO tan tốt trong nước ở điều kiện nhiệt độ thường đó là KOH và đề tài đã xây dựng công nghệ sản xuất hai loại thuốc tập hợp mang ký hiệu DPO-93A1 và DPO-93A2.

- Đã tính toán chỉ tiêu nguyên liệu sản xuất PO-93.

- Đã khảo sát tuyển thử các sản phẩm ở vòng hở; vòng kín; các thí nghiệm thay đổi chỉ phí thuốc đề chìm, thuốc điều chỉnh môi trường và xây dựng chỉ tiêu tuyển hợp lý đối với thuốc tập hợp DPO-93A2.

Về sản xuất: đã sản xuất được 10 tấn PO-93A2 theo phương pháp mới và chạy thử công nghiệp vào cuối năm 1999 tại nhà máy tuyển quặng Apatit Lào Cai.

KẾT LUẬN :

- Đã xác định được qui trình công nghệ, cải tiến tính tan của PO-93
- Sản phẩm sản xuất theo qui trình công nghệ mới không phải dùng nước nóng để pha thuốc khi mang ra tuyển; chỉ cần dùng nước thường công nghiệp vẫn bảo đảm được các chỉ tiêu chất lượng cho công nghệ tuyển nổi quặng Apatit loại III Lào cai.
- Đã sản xuất được 10 tấn PO-93 A theo phương pháp mới và chạy thử công

**NGHIÊN CỨU CÔNG NGHỆ TÁCH AXIT BÉO TỪ NGUỒN
NGUYÊN LIỆU THỰC VẬT VÀ PHẾ THẢI CÔNG NGHIỆP
LÀM NGUYÊN LIỆU SẢN XUẤT THUỐC TUYỂN QUẶNG APATIT**

(Xem chi tiết phụ lục số 4)

Thuốc tuyển quặng Apatit là một tập hợp hữu cơ có nhiều dạng khác nhau chủ yếu dựa trên cơ sở chất hoạt động bề mặt và được chế tạo từ nguồn nguyên liệu dầu mỡ thực vật hoặc sản phẩm oxi hoá hydrocacbon tách ra từ dầu mỏ. Việc nghiên cứu tạo ra công nghệ sản xuất thuốc tuyển để thay thế thuốc nhập ngoại tiết kiệm ngoại tệ và chủ động trong sản xuất là cần thiết và cấp bách. Viện Hoá học công nghiệp đã đưa ra công nghệ sản xuất thuốc tập hợp hữu cơ DPO93 và sản phẩm đã được thử tuyển trên dây chuyền sản xuất của nhà máy tuyển quặng Apatit Lào cai bước đầu cho kết quả khả quan. Tuy nhiên, thuốc DPO93 còn bộc lộ một số nhược điểm như : tính chọn lọc chưa cao, dải điều chỉnh của thuốc hẹp, không ổn định khi quặng đầu vào thay đổi, bột dai khó tuyển. Để khắc phục các nhược điểm trên, Viện Hoá học công nghiệp đã tập trung nghiên cứu nâng cao chất lượng thuốc tuyển bằng nguồn nguyên liệu trong nước, đặc biệt là nguồn phế thải công nghiệp sản xuất dầu ăn, chế biến thủy hải sản nhằm từng bước hạ giá thành sản phẩm, góp phần trong việc xử lý môi trường một số khu công nghiệp. Năm 2000, Viện được Bộ Công nghiệp xét duyệt đề tài : “Nghiên cứu công nghệ tách axit béo từ nguồn nguyên liệu thực vật và phế thải công nghiệp làm nguyên liệu sản xuất thuốc tuyển quặng Apatit “

Mục tiêu của đề tài là tìm kiếm nguồn nguyên liệu axit béo từ một số dầu thực vật đặc biệt là dầu sản phẩm ; tận dụng nguồn phế thải từ nhà máy sản xuất dầu thực vật; phế thải trong quá trình chế biến hải sản (dầu gan cá). Nghiên cứu công nghệ chế biến nguồn nguyên liệu này thành sản phẩm sử dụng trong tập hợp hữu cơ dùng trong tuyển quặng.

Nội dung nghiên cứu của đề tài gồm :

1. Khảo sát và giới thiệu các loại axit béo sử dụng làm thuốc tuyển quặng apatit
2. Giới thiệu một số axit béo đã được sử dụng làm nguyên liệu sản xuất thuốc tuyển quặng apatit
3. Nghiên cứu công nghệ tách axit béo từ hạt sò
4. Nghiên cứu công nghệ thu hồi axit oleic từ bã thải trong quá trình tinh luyện dầu.
5. Nghiên cứu công nghệ thu hồi axit béo từ dầu gan cá ngừ và cá linh
6. Nghiên cứu ứng dụng axit béo làm thuốc tập hợp tuyển nổi quặng apatit.

Những kết quả thu được:

1. Đã khảo sát, giới thiệu các loại axit béo sử dụng làm thuốc tuyến quặng apatit, đưa ra thành phần hoá học của một số dầu béo, một số đặc tính lý hoá của một số dầu thực vật thông dụng, đặc tính của dầu gan cá, phân trăm thành phần của axit béo dầu gan cá.

2. Đã giới thiệu một số axit béo được sử dụng làm nguyên liệu sản xuất thuốc tuyến quặng apatit như axit oleic KT, axit béo KT (T K); MTK

3. Nghiên cứu công nghệ tách axit béo từ hạt sỏ :

3.1. Công trình đã đưa ra quy trình ép dầu sỏ theo 2 phương pháp ép nguội và ép nóng và nhận thấy rằng ép nóng cho hiệu suất cao 80% dầu thu được đã được xác định các chỉ số vật lý.

3.2. Nghiên cứu công nghệ thuỷ phân dầu sỏ thu axit béo :

- Lựa chọn và sử dụng 2 phương pháp :

+ phương pháp thuỷ phân kiềm xúc tác

+ phương pháp thuỷ phân axit xúc tác.

- Đã khảo sát các yếu tố nhiệt động trong quá trình thuỷ phân dầu sỏ như nhiệt độ, xúc tác, thời gian, tỷ lệ dầu/dịch và đã rút ra các thông số kỹ thuật tối ưu cho quá trình thuỷ phân dầu sỏ.

4. Nghiên cứu công nghệ thu hồi axit oleic từ bã thải trong quá trình tinh luyện dầu.

- Khảo sát một số bã thải trong công nghiệp tinh luyện dầu và rút ra phần cặn xà phòng trong quá trình tinh luyện dầu mỡ là nguồn nguyên liệu chứa axit béo có thể tận thu được. Từ đó đã tiến hành phân tích cặn xà phòng cho thấy thành phần dầu trung tính 22 % : axit béo ở dạng xà phòng chiếm 25 %.

- Đã nghiên cứu và đưa ra công nghệ thu hồi axit béo từ phế thải cho hiệu suất thu hồi 92 % chất lượng axit béo thu được tương đương với axit béo hiện nay đang sử dụng từ dầu lạc.

5. Nghiên cứu công nghệ thu hồi axit béo từ dầu gan cá ngừ và cá linh

Công trình đã khảo sát phân phế thải trong công nghiệp đánh bắt và chế biến hải sản đặc biệt là phần gan cá ước tính riêng miền Trung lượng gan cá có tới hàng trăm tấn năm. Cùng với việc khảo sát trữ lượng gan cá đã xác định thành phần của gan cá ngừ và cá linh có các glyxerit của các axit no và không no với mạch cacbon từ C_{14} - C_{24} .

Đã nghiên cứu công nghệ tách axit béo từ dầu gan cá ngừ và cá linh và cho thấy hiệu suất đạt 85 % đồng thời xác định một số đặc tính lý hoá của sản phẩm.

6. Nghiên cứu ứng dụng axit béo làm thuốc tập hợp tuyến nổi quặng Apatit.

Từ kết quả nghiên cứu tạo nguồn axit béo từ dầu sỡ công nghiệp, từ nguồn phế thải cận xà phòng của các nhà máy tinh luyện dầu thực vật và từ nguồn phế thải ngành chế biến thủy hải sản dầu gan cá ngừ và cá linh để tài đã sử dụng nguồn nguyên liệu này thay thế từng phần axit béo tách ra từ dầu lạc nguyên chất hiện đang sử dụng làm thuốc tuyển quặng apatit tạo ra sản phẩm thuốc tập hợp VH-2000 đồng thời thử tuyển trên dây chuyền pilot và đưa vào sản xuất công nghiệp.

Các kết quả thí nghiệm tuyển sơ bộ với mẫu thuốc tuyển chế xuất từ axit béo dầu sỡ cho kết luận có thể thay thế hoàn toàn dầu lạc, đặc biệt so sánh với thuốc MD-20245 của Thụy Điển cho thấy quặng thải còn chứa hàm lượng P_2O_5 thấp hơn hẳn.

Kết quả thí nghiệm tuyển sơ bộ với mẫu thuốc tuyển chế xuất từ axit béo dầu cá đạt kết quả rất khả quan, đặc biệt là hàm lượng P_2O_5 thấp hơn trong quặng thải và cao hơn trong tinh quặng so với thuốc tuyển làm từ dầu lạc và dầu sỡ cũng như MD-20245; quặng thải hàm lượng P_2O_5 thấp hơn hẳn so với thuốc tuyển MD-20245 tới 2 %.

Tại PTN của nhà máy tuyển các kết quả thử nghiệm tuyển vòng hở và vòng kín mẫu thuốc VH 2000 cho kết quả rất tốt.

Với kết quả thử tại PTN, Viện cùng nhà máy tiến hành thử nghiệm VH2000 trên dây chuyền pilot nhà máy cho kết quả rất khả quan, không những quặng tinh và quặng thải có hàm lượng P_2O_5 đạt theo yêu cầu mà trong quá trình tuyển việc vận hành công nghệ đảm bảo dễ dàng, bọt dòn, dễ vỡ, tính tập hợp và tuyển chọn cao hơn so với thuốc MD-20245 của Thụy điển.

Từ kết quả pilot, công ty Apatit Lào cai đã quyết định đưa thuốc tập hợp VH2000 vào sản xuất thử công nghiệp kết quả cho thấy :

- Thuốc VH2000 có tính tập hợp và tính chọn lọc cao.
- Ít bọt, bọt dòn, dễ vỡ, đáp ứng công nghệ tuyển của Nhà máy khi nâng công suất tuyển lên như thiết kế.
- Hàm lượng P_2O_5 trong quặng thải thấp hơn so với thuốc tuyển MD-20245 của Thụy điển từ 1,2 - 1,3 % làm cho thực thu P_2O_5 và thu hoạch của nhà máy tăng 5 - 6 %.
- Thuốc VH2000 có biên độ điều chế rộng trong quá trình tuyển, vì vậy, dễ thích nghi khi quặng đầu vào thay đổi.
- Hiện nay, theo đánh giá của Nhà máy, thuốc tập hợp VH2000 đạt hiệu quả nhất so với các loại thuốc tuyển khác như DPO93 hoặc MD-20245 của Thụy Điển.

KẾT LUẬN

1. Đề tài đã nghiên cứu thành công công nghệ tách axit béo từ dầu Sỡ và ứng dụng chúng để điều chế thuốc tập hợp tuyến quặng Apatit loại III Lào cai. Axit béo tách từ dầu Sỡ có hàm lượng axit oleic là 85%, cao hơn hẳn dầu Lạc là 57-62%. Đồng thời giá thành dầu Sỡ thấp hơn dầu Lạc từ 20-25%.
2. Khảo sát và nghiên cứu thành công công nghệ thu hồi axit béo chứa hàm lượng axit oleic (như dầu Lạc) từ nhà máy tinh luyện dầu thực vật. Nguồn phế thải công nghiệp này chiếm tỷ lệ 8-10% của các nhà máy tinh luyện dầu lạc và dầu vừng. Giá thành của axit béo thu hồi chỉ bằng 60% giá dầu Lạc hiện nay đang dùng.
3. Khảo sát và nghiên cứu thành công công nghệ thu hồi dầu gan cá Ngừ và cá Linh từ khu chế xuất thủy hải sản thay thế một phần axit béo oleic để điều chế thuốc tập hợp VII-2000, mang lại kết quả khả quan, đặc biệt nâng cao hẳn chất lượng thuốc tuyển so với thuốc DPO-93. Có thể nói đây là một phát hiện mới của đề tài và đã thành công khi đưa vào sản xuất.
4. Đã phối chế thành công thuốc tập hợp VII-2000 có sự tham gia của axit béo do đề tài tạo ra và đã nghiên cứu ứng dụng vào sản xuất công nghiệp, tạo ra khả năng cạnh tranh với thuốc ngoại nhập, hay nói cách khác với thuốc tuyển VH-2000, chúng ta có thể thay thế hoàn toàn thuốc nhập ngoại và mang lại hiệu quả cao hơn.
5. Đã sản xuất thành công axit béo thu hồi từ phế thải công nghiệp và cây công nghiệp với quy mô công nghiệp (đã sản xuất hàng chục tấn sản phẩm để đưa vào sản xuất)

Báo cáo tóm tắt kết quả NCKHCN Đề tài số 4

**NGHIÊN CỨU NÂNG CAO CHẤT LƯỢNG THUỐC TUYẾN NỔI
QUẶNG APATIT LOẠI III LÀO CAI**

(Xem chi tiết phụ lục số 5)

Cùng với nghiên cứu sử dụng parafin lỏng làm nguyên liệu oxy hoá tạo sản phẩm DO thay thế cho nguyên liệu parafin lỏng tách từ dầu DO và nghiên cứu sử dụng phụ gia cải thiện tính tan cho thành phần PO của thuốc tập hợp hữu cơ dùng trong tuyến nổi quặng apatit loại III Lào cai, việc nghiên cứu nâng cao chất lượng thuốc tuyến, khắc phục một số nhược điểm của thuốc như bột dai, khó dập, hàm lượng quặng thải cao và đặc biệt nhằm hạ giá thành sản phẩm cũng như cải thiện chỉ tiêu thu hoạch và thực thu trong công nghệ tuyến tiến tới thay thế dần thuốc tuyến nhập ngoại là cần thiết và cấp bách.

Với các mục đích thực tiễn, khoa học, Viện Hoá học công nghiệp đã tổ chức nghiên cứu đề tài : “ Nghiên cứu nâng cao chất lượng thuốc tuyến nổi quặng apatit loại III Lào cai “

Mục tiêu của đề tài là :

- Làm chủ kỹ thuật oxy hoá parafin nhằm sản xuất DO với chỉ tiêu kỹ thuật mong muốn
- Nâng cao chất lượng của thuốc tuyến DPO-93 khi áp dụng tuyến công nghiệp tăng tỷ lệ thu hoạch và thực thu.
- Hàm lượng quặng tinh đạt > 32 %
- Hàm lượng quặng thải đạt < 6%
- Ứng dụng kết quả nghiên cứu oxy hoá parafin để sản xuất thuốc tuyến nổi cung cấp cho Công ty Apatit Việt Nam.

Nội dung nghiên cứu của đề tài :

- Nghiên cứu oxy hoá trong PTN các phân đoạn parafin có nhiệt độ sôi khác nhau.
- Nghiên cứu phân đoạn có nhiệt độ sôi 260 - 350⁰C nhằm tăng CSA của phần hoạt chất, cải thiện tính chất bột.
- Nghiên cứu công nghệ trung hoà, lắng tách sản phẩm.
- Nghiên cứu sự ảnh hưởng của lượng dầu trong sản phẩm đến chất lượng thuốc tuyến.
- Phối hợp PO-93 chế tạo thành thuốc tuyến cho quặng apatit loại III để nghiên cứu trong PTN
- Hoàn thiện quy trình công nghệ, ứng dụng vào sản xuất
- Xây dựng các chỉ tiêu chất lượng mới của thuốc tuyến

Các kết quả thu được :

1. Khảo sát oxi hoá các mẫu parafin lỏng khác nhau :

Nhằm khảo sát ảnh hưởng của chiều dài mạch cacbon đến công nghệ oxi hoá, chỉ số axit của sản phẩm, tính chất bột của sản phẩm khi tuyển nổi để tìm ra loại parafin thích hợp, chúng tôi tiến hành khảo sát một loạt các thí nghiệm oxi hoá các mẫu parafin có khoảng nhiệt độ sôi khác nhau và tạo ra lượng thuốc tuyển để thử tuyển quặng apatit loại III trên các mẫu parafin đó.

Kết quả oxy hoá ở bảng sau:

Kết quả oxy hoá các mẫu parafin lỏng

Chế độ phản ứng :

Lượng parafin lỏng : 100 g

Vận tốc sục khí : 100 l/h

Xúc tác : 0,1 %

Nhiệt độ phản ứng : 150 °C

Thời gian phản ứng : 5 giờ

	M _c P lỏng tách từ DO	M ₁	M ₂	M ₃	M ₄	M ₅	M ₆
Khoảng t° sôi °C	292-362	202-381	260-385	268-397	270-390	230-360	260-350
CSA oxydat mgKOH/g	42.,5	59.,5	49	46	50.5	47	48,4
CSA sản phẩm mgKOH/g	117.7	140	100	95,5	96	122.6	132.9

Kết quả TN tuyển ở bảng 11

Xem bảng 11 trang bên

**Bảng 11 : Kết quả TN tuyển sơ bộ với các mẫu thuốc tuyển
chế xuất từ các loại Parafin lỏng khác nhau**

TN-SP	Trọng lượng (gam)	Thu hoạch %	Hàm lượng % P_2O_5	V bột	DKTN
M₀					
Quặng tinh	90,5	46,05	26,5	1200	Na_2SiO_3 : 1200 g/l
Quặng thải	106	53,95	8,91	410	M_0/PO_{93} : 240/160
Cộng	196,5	100	17,01		
M₁					
Quặng tinh	98	49,7	25,7	1300	Na_2SiO_3 : 1200 g/l
Quặng thải	99	50,3	8,64	430	M_1/PO_{93} : 240/160
Cộng	197	100	17,1		
M₂					
Quặng tinh	127	61,4	22,4	1600	Na_2SiO_3 : 1200 g/l
Quặng thải	80	38,6	8,17	480	M_2/PO_{93} : 240/160
Cộng	207	100	16,9		
M₃					
Quặng tinh	112	57,6	22,99	2200	Na_2SiO_3 : 1200 g/l
Quặng thải	82,5	42,4	9,39	460	M_3/PO_{93} : 240/160
Cộng	194,5	100	17,22		
M₄					
Quặng tinh	111	56,6	23,31	2700	Na_2SiO_3 : 1200 g/l
Quặng thải	85	43,4	8,58	460	M_4/PO_{93} : 240/160
Cộng	196	100	16,92		
M₅					
Quặng tinh	92	47,8	26,08	900	Na_2SiO_3 : 1200 g/l
Quặng thải	100,5	52,2	8,84	360	M_5/PO_{93} : 240/160
Cộng	192,5	100	17,08		
M₆					
Quặng tinh	102	52,6	25,11	1000	Na_2SiO_3 : 1200 g/l
Quặng thải	92	47,4	8,13	400	M_6/PO_{93} : 240/160
Cộng	194	100	17,06		
MD					
Quặng tinh	87	44,7	26,75	500	Na_2SiO_3 : 600 g/l
Quặng thải	107,5	55,3	9,12	300	Na_2CO_3 : 200 g/l
Cộng	194,5	100	17,01		MD : 400 g/l
MTK					
Quặng tinh	118,5	61,1	22,98	1800	Na_2SiO_3 : 1200 g/l
Quặng thải	75,5	38,9	8,17	500	MTK : 400 g/l
Cộng	194	100	17,22		

Ghi chú : các TN trên làm trên máy tuyển 0,75 l lượng quặng III 200 gam, hàm lượng P_2O_5 quặng đầu vào là 17,16.

Khảo sát các TN oxyhoá cho thấy các mẫu M_1 , M_5 , M_6 cho sản phẩm có CSA cao tương tự như M_0 (tách ra từ dầu DO).

Các kết quả tuyển sơ bộ các mẫu M_1 , M_5 , M_6 có độ dai bột nhỏ hơn của M_2 , M_3 , M_4 trong đó mẫu M_5 có thể tích bột nhỏ nhất trong các mẫu Parafin. Từ đó chúng tôi chọn mẫu M_5 làm đối tượng để nghiên cứu thay thế cho Parafin lỏng mẫu M_2 .

2. Nghiên cứu ảnh hưởng của tốc độ sục khí lên quá trình phản ứng.

Bảng 12 : Ảnh hưởng của tốc độ sục khí lên quá trình phản ứng.

Lượng Parafin : 100 g

Nồng độ xúc tác : 0,1 %

T^o phản ứng : 140^oC

Thời gian phản ứng : 5 giờ

Vkk l/h	CSA mg KOH/g	CSX mg KOH/g	CSE mg KOH/g
60	15,40	77,8	62,4
80	28,00	112,5	84,5
100	37,50	131,3	93,8
120	40,56	135,3	94,7

Bảng 13

Lượng Parafin : 100 g

Nồng độ xúc tác : 0,1 %

T^o phản ứng : 140^oC

Thời gian phản ứng : 10 giờ

Vkk l/h	CSA mg KOH/g	CSX mg KOH/g	CSE mg KOH/g
60	38,50	104	65,5
80	50,20	126,6	76,4
100	55,46	135,26	79,8
120	61,50	155,4	93,9

Bảng 14

Lượng Parafin : 50 g

Nồng độ xúc tác : 0,1-%

Dầu thu hồi : 50 g

T^o phản ứng : 140^oC

Thời gian phản ứng : 5 giờ

Vkk l/h	CSA mg KOH/g	CSX mg KOH/g	CSE mg KOH/g
60	44,5	138,4	93,9
80	45,9	143,0	97,1
100	47,3	142,6	95,3
120	50,0	149,9	99,9

Bảng 15

Lượng Parafin : 50 g Nồng độ xúc tác : 0,1 %
 Dầu thu hồi : 50 g
 T^o phản ứng : 145°C Thời gian phản ứng : 5 giờ

Vkk l/h	CSA mg KOH/g	CSX mg KOH/g	CSE mg KOH/g
60	45,0	142,0	96,4
80	49,2	146,8	97,6
100	56,5	154,3	97,8
120	60,5	159,0	98,5

Áp dụng các kết quả nghiên cứu trong PIN vào sản xuất công nghệ chế tạo thuốc VII_{2K2}.
 Thay đổi chế độ công nghệ chế tạo DO.

Vkk : 60 m³/h

T^o phản ứng : 145 °C

Thời gian phản ứng : 5 -6 giờ

Kết hợp với sử dụng phân đoạn Parafin M₃ đã cải thiện tính chất bột của thuốc.

3. Nghiên cứu ảnh hưởng của lượng dầu trong sản phẩm (hợp chất chứa oxy không có phản ứng) đến chất lượng sản phẩm được tuyên.

Bảng 16

TN-SP	Trọng lượng (gam)	Thu hoạch %	Hàm lượng % P ₂ O ₅	V bột	Hàm lượng dầu
TN- 1					
Quặng tinh	88,5	43,28	26,57	650	0
Quặng thải	116	56,72	9,13	250	
Cộng	204,5	100	16,68		
TN - 2					
Quặng tinh	86	42,57	26,85	650	0,5
Quặng thải	116	57,43	9,22	230	
Cộng	202	100	16,46		
TN - 3					
Quặng tinh	82	40,0	26,9	620	1
Quặng thải	123	60,0	9,59	230	
Cộng	205	100	16,51		
TN - 4					
Quặng tinh	79,5	39,07	27,69	550	2
Quặng thải	124	60,93	9,64	240	
Cộng	203,5	100	16,69		

TN - 5					
Quặng tinh	80,5	40,15	27,28	550	3
Quặng thái	120	59,85	9,18	260	
Cộng	200,5	100	16,48		
TN - 6					
Quặng tinh	71	34,98	28,3	550	5
Quặng thái	132	65,02	10,19	250	
Cộng	203	100	16,52		

Điều kiện thí nghiệm : Na_2SiO_3 : 600 g/T
 Na_2CO_3 : 150 g/T
Thuốc tập hợp : 350 g/T

Từ các nghiên cứu về ảnh hưởng của hàm lượng các chất không xà phòng hoá đến chất lượng thuốc tuyển cho thấy lượng dầu trong DO không làm tăng thể tích bọt tuyển nổi.

Khi tăng dần lượng từ 1 đến 5 % trong DO thì bọt tuyển nổi giảm (giảm đi độ dài bọt) . Khi tăng lượng dầu lên quá 5% thì thể tích bọt không giảm mà tính tập hợp của thuốc lại giảm đi.

Vì vậy trong sản phẩm cần khống chế để lượng dầu dư khoảng 2-3% không nhiều thiết phải khống chế < 1%

Bảng 25 : Kết quả thí nghiệm vòng kín với mẫu thuốc tập hợp VH2K2

Thuốc tuyền g/t			Quặng tinh			Q. thải	KII	E
Na ₂ SiO ₃	Na ₂ CO ₃	VH2K2	β %	γ %	ε %	% P ₂ O ₅		
800	150	230	32.82	33.94	71.26	6.80	2.56/1.79	149.65

Kết luận: Các tổ hợp thuốc tuyền VH2K về cơ bản đã khắc phục được tồn tại của thuốc tuyền cũ (DPO93, DO+M5, DO+CH80). Hiệu quả tuyền nổi của tổ hợp thuốc VH2K gần đạt bằng thuốc tuyền MD20245. Tuy nhiên, khả năng chọn lọc quặng tinh còn thấp, tiêu chuẩn bột chưa được như MD. Song kết quả khảo sát khi phối trộn VH2K2 và MD20245 lại cho kết quả cao hơn hẳn với việc chạy độc lập từng loại thuốc này. (Xem kết quả ở phần III).

Kết quả thí nghiệm với các mẫu thuốc phối trộn MD với thuốc tuyền Viện hoá Để có thời gian nghiên cứu hoàn thiện thuốc tuyền VH2K2 để thoả mãn nhu cầu sử dụng một phần thuốc tuyền nội địa, nhóm nghiên cứu đã tiến hành một loạt thí nghiệm trên mẫu thuốc tuyền DPO93 với thuốc tuyền MD20245 phối trộn với nhau theo các tỷ lệ DPO93/MD20245 = 30/70, 40/60, 50/50, 60/40. Kết quả thí nghiệm xác định được tỷ lệ phối trộn từ 30-50% thuốc DPO93. Kết quả thí nghiệm vòng kín DPO93/MD=50/50, xem

Bảng 26

Thuốc tuyền g/t			Quặng tinh			Q. thải	KII	E
Na ₂ SiO ₃	Na ₂ CO ₃	MD+DPO93	β%	γ%	ε%	%P ₂ O ₅		
1000	-	320	33.43	36.61	75.19	6.27	4.48/2.24	172.52

Chỉ tiêu chất lượng quặng tinh hiệu quả tuyền nổi khá cao, hệ số tạo bột giảm nhưng còn lớn hơn hệ số tạo bột của MD.

Sau khi có kết quả thí nghiệm trong phòng, bán công nghiệp Pilot, thuốc DPO93 đã được sử dụng phối trộn với MD theo tỷ lệ 20-30% dùng trong tuyền quặng tại nhà máy từ tháng 4/2000. Tháng 12/2000 chuyển sang phối trộn thuốc tuyền mới VH2K2 ở tỷ lệ cao hơn (30-50%).

Thuốc tuyền VH2K2 sau khi thí nghiệm có kết quả khá ở trong phòng thí nghiệm được sản xuất và thử nghiệm công nghiệp theo từng tỷ lệ phối trộn 35,40,45, và 50% thuốc tuyền VH2K2. Từ tháng 4/2001 đến tháng 6/2001 chuyển sang sử dụng 50% thuốc VH2K2 liên tục cho đến nay. Kết quả sản xuất với các tỷ lệ phối trộn thuốc VH2K2 là thành công (xem báo cáo chạy trộn) đặc biệt là hiệu quả tuyền nổi.

Báo cáo tóm tắt kết quả NCKHCN Đề tài số 5

**NGHIÊN CỨU CÔNG NGHỆ PHỐI TRỘN TẠO CÁC MẪU THUỐC
TUYỂN MỚI**

(Xem chi tiết phụ lục số 6)

Sau khi đã khảo sát nghiên cứu các yếu tố động học trong quá trình oxi hoá parafin lỏng và đã ổn định công nghệ sản xuất thuốc DO, Viện Hoá học công nghiệp cùng với Công ty Apatit Lào cải tiến hành một số chế phẩm mới thay thế cho loại thuốc DPO93. Nhiệm vụ nghiên cứu là lựa chọn thuốc tập hợp PO mới và tỷ lệ phối trộn thích hợp PO, DO

Kết quả nghiên cứu các mẫu thuốc tuyển mới

1. Mẫu thuốc D01, M5

Tháng 1/2000 Viện hoá điều chế một số chế phẩm để thay thế cho loại thuốc PO93, còn chế phẩm DO dừng lại ở loại D01. Nhiệm vụ nghiên cứu đợt này là lựa chọn ra được thuốc PO mới và tỷ lệ phối trộn thích hợp PO, DO.

Điều kiện tiến hành thí nghiệm

- Chất lượng bùn tuyển, độ mịn nghiền theo thực tế lấy tại thời điểm tiến hành thí nghiệm. Nước dùng pha chế thuốc tuyển bổ sung khi thí nghiệm là nước cấp cho sản xuất tại thời điểm đó. Như vậy mẫu bùn nước đã phản ánh tính đồng nhất với điều kiện sản xuất thực tế, do vậy kết quả thí nghiệm sát với thực tế sản xuất hơn.
- Chế độ và chi phí các loại thuốc tuyển: Vì số lượng mẫu thuốc nhiều, thời gian nghiên cứu có hạn nên không thể khảo sát tỷ mỉ từng loại thuốc mà tiến hành có tính phân loại sơ bộ ngay từ đầu trong cùng điều kiện thí nghiệm. Mẫu thuốc sau khi tìm ra chuyển sang bước nghiên cứu chi tiết hơn.

Kết quả khảo sát sơ bộ xem bảng 17

Bảng 17 Kết quả thử nghiệm sơ bộ với các mẫu thuốc PO

Thuốc tập hợp	Chi phí g/T	Thu hoạch Q.tính %	Hàm lượng		K II	Ghi chú
			Q. tính	Q. thải		
M1+DO	320	46.08	25.61	9.20	2.04	Điều kiện I
DO1+DO	320	48.29	25.61	8.04	2.80	
M6+DO	320	43.73	24.89	11.16	2.64	
M0+DO	320	47.12	24.20	8.97	2.03	
M5+DO	320	31.48	27.42	11.57	2.39	
M+DO	320	44.01	25.36	8.82	2.97	

Thuốc tập hợp	Chi phí G/T	Thu hoạch Q.tính %	Hàm lượng		K II	Ghi chú
			Q. tính	Q. thải		
M1+DO	320	49.98	23.90	8.82	2.47	Điều kiện II
DO1+DO	320	50.24	23.47	8.91	3.03	
M6+DO	320	47.98	23.13	9.39	3.38	
M0+DO	320	53.12	23.47	8.58	2.87	
M5+DO	320	34.28	26.69	10.07	2.25	
M+DO	320	50.78	23.81	8.48	2.43	

Kết quả khảo sát sơ bộ với các mẫu thuốc PO (M1, PO1, M6, M0, M5,M) ở hai chế độ thủy tính lỏng khác nhau cho kết quả quặng thải khá cao, quặng tinh mẫu thuốc dùng M5 cao hơn cả, hệ số tạo bột chấp nhận được, mẫu thuốc này có thể nghiền cứu tiếp. Các mẫu thuốc PO còn lại có độ chọn lọc quặng tinh thấp, hệ số tạo bột tương đối lớn.

Nghiên cứu lựa chọn tổ hợp thuốc tuyển hợp lý sử dụng PO là M5

Mặc dù thuốc tuyển M5 nghiên cứu ở thí nghiệm chưa đạt yêu cầu. Song để có định hướng cho việc điều chế các chế phẩm thuốc mới vẫn tiến hành khảo sát chi tiết thuốc này.

Để có cơ sở chuyển sang thí nghiệm vòng hồ và thí nghiệm vòng kín đã khảo sát chi tiết với thí nghiệm sơ bộ theo các tổ hợp thuốc sau

Bảng 18 : Kết quả khảo sát chi tiết ở thí nghiệm sơ bộ với mẫu thuốc M5

STT	Chi phí thuốc G/P			Thu hoạch	Hàm lượng		KII	Ghi chú
	DO1+M5 DO/PO=60/40	Na ₂ SiO ₃	Na ₂ CO ₃		Q.tính	Q.thải		
1	320	600	200	33.81	26.72	11.61	3.38	
2	320	800	200	32.40	26.11	10.93	2.85	
3	360	800	200	31.14	27.33	10.61	2.73	
4	400	1000	200	47.35	26.21	7.00	2.49	

Sau khi khảo sát thí nghiệm vòng hồ với tổ hợp thuốc tuyến theo thí nghiệm 4 chi phí thuốc cho thí nghiệm vòng kín xác định được là:

Na₂SiO₃ = 850g/t , Na₂CO₃ = 170g/t , DO+M5 = 360 g/t

Thủy tinh lỏng và soda được cấp 100% vào khuấy tiếp xúc, DO+M5 cấp phân đoạn làm 2 điểm : 90% vào khuấy còn lại 10% vào tuyến vết. Kết quả thí nghiệm vòng kín.

Bảng 19

Thuốc G/T			Quặng tinh			Q. thải %P ₂ O ₅	KII	E
DO+M5	Na ₂ SiO ₃	Na ₂ CO ₃	β %P ₂ O ₅	γ %	ϵ %			
360	850	170	32.52	30.52	63.62	8.17	2.49	132.63

Kết luận: Thuốc tuyến DO+M5 có tính chất bột tốt, chất lượng quặng tinh đạt yêu cầu nhưng quặng thải còn cao hiệu quả tuyến nổi (E) thấp.

2. Mẫu thuốc DO, CH80

Để khắc phục nhược điểm của tổ hợp thuốc tuyến DO+M5, Viện hoá tiếp tục cải thiện thuốc tuyến PO sang dạng thuốc mới có ký hiệu từ CH50, CH60, CH70, và CH80, vì vậy cần lựa chọn ra được một loại CH trong số 4 mẫu CH trên để kết hợp với thuốc tuyến DO dùng cho nghiên cứu thí nghiệm vòng hở và thí nghiệm vòng kín.

Điều kiện: bùn, nước dùng làm thí nghiệm theo thực tế sản xuất thời gian tiến hành nghiên cứu. Chi phí thủy tinh lỏng dùng để chìm đất đá phi quặng, soda điều chỉnh môi trường và tỷ lệ DO / CH giữ ở mức tương đương nhau trong các thí nghiệm hở. Sau khi xác định được loại CH phù hợp sẽ khảo sát lại tổ hợp thuốc DO+CH và các chi phí khác. Kết quả thí nghiệm tuyến sơ bộ với các mẫu CH

Bảng 20

STT	Thuốc tuyến	Chi phí g/t	Thu hoạch Q.tinh %	Hàm lượng		KII	Ghi chú
				Q. tinh	Q. thải		
1	DO+CH50	400	40.21	28.41	9.61	5.16/2.58	Tỷ lệ DO/CH80 = 60/40
2	DO+CH60	400	40.75	29.43	9.32	6.25/2.50	
3	DO+CH70	400	45.74	27.55	8.92	8.47/2.25	
4	DO+CH80	400	50.32	28.26	8.03	8.67/2.04	

- Kết quả thí nghiệm với các mẫu PO (CH) có chất lượng quặng tinh khá cao nhưng tính tập hợp còn yếu, hệ số tạo bọt lớn. Song do đây là bước nghiên cứu nên vẫn chọn mẫu số 4 (CH80) để khảo sát tiếp.
- Giữ nguyên chi phí Na₂SiO₃ và Na₂CO₃, lần lượt thay đổi mức chi phí DO+CH80 lên 430, 460 g/t.

Bảng 21 Thí nghiệm sơ bộ với chi phí DO+CH80 = 430 và 460g/t

STT	Chi phí DO+CH80 g/t	Thu hoạch Q.tính	Hàm lượng		KII	Ghi chú
			Q. tính	Q. thải		
1	430	50.72	26.75	7.93	7.57/2.02	DO/CH80 = 60/40
2	430	52.68	26.42	7.15	9.75/2.44	

Nhận xét: Khi tăng chi phí DO+CH80 hàm lượng quặng thải và quặng tính giảm, hệ số tạo bột tăng. Vì vậy cần phải tiến hành thêm một số thí nghiệm với các mức chi phí Na_2SiO_3 , Na_2CO_3 , DO+CH80 khác nhau.

Bảng 22

STT	Thuốc tuyển g/t			Thu hoạch Q.tính	Hàm lượng		KII	Ghi chú
	Na_2SiO_3	Na_2CO_3	DO+CH80		Q.tính	Q. thải		
1	800	200	460	52.31	26.16	7.85	11.22/2.68	Tỷ lệ DO/CH80 =60/40
2	800	300	460	51.84	25.49	7.54	9.66/2.89	
3	1200	200	460	48.27	27.34	8.13	7.57/2.52	
4	1500	-	460	44.23	27.99	8.62	5.55/2.22	
5	1000	400	460	49.05	27.04	7.93	7.77/2.59	
6	1200	200	490	47.32	27.28	7.93	6.66/2.22	
7	1000	200	490	49.01	27.18	7.93	7.97/2.66	
8	1000	200	460	54.84	25.83	7.05	8.45/2.82	

Nhận xét: Sau bước khảo sát chi tiết thí nghiệm sơ bộ của tổ hợp thuốc DO+CH80 thấy rằng: tính chọn lọc và tập hợp đã được cải thiện. Hệ số tạo bột còn cao. Cũng như quá trình thí nghiệm với mẫu thuốc DO1 + M5 tiếp tục thí nghiệm vòng hở vòng kín với mẫu thuốc DO+CH80. Trước khi tiến hành làm thí nghiệm vòng kín đã khảo sát lại các mức tiêu hao thuốc tuyển, chất lượng sản phẩm ở thí nghiệm vòng hở. Kết quả thí nghiệm vòng hở lựa chọn được chi phí thuốc để làm thí nghiệm vòng kín: $\text{Na}_2\text{SiO}_3 = 1000\text{g/t}$, $\text{Na}_2\text{CO}_3 = 160\text{g/t}$, DO1+CH80 = 360g/t. Kết quả thí nghiệm vòng kín xem bảng 23

Bảng 23 Kết quả thí nghiệm vòng kín với thuốc tuyển DO1+CH80

Thuốc tuyển g/t			Quặng tinh			Quặng thải %P ₂ O ₅	KII	E
Na ₂ SiO ₃	Na ₂ CO ₃	DO1+CH80	β %P ₂ O ₅	γ %	ε %			
1000	160	360	3260	42.66	77.30	7.12	8.45/2.82	140.08

Kết luận: Tổ hợp thuốc tuyển DO1+CH80 đã được cải thiện hơn tổ hợp thuốc DO1+M5 nhưng còn tồn tại hệ số tạo bọt lớn cần chuyển sang thử nghiệm ở quy mô bán công nghiệp để xem xét tiếp.

3-Mẫu thuốc tuyển VII 2K2

Sau khi thử nghiệm thành công thuốc tuyển DO1+CH80 ở quy mô bán công nghiệp Pilot nhưng khi chuyển sang thử công nghiệp, kết quả đạt được không cao. Chỉ có thể dùng hỗn hợp thuốc tuyển để tuyển một đối tượng quặng nhất định theo công nghệ cũ của Liên Xô. Tháng 9/2000, Viện Hoá học công nghiệp điều chế ra thuốc tuyển mới. Số lượng mẫu thuốc gồm 4 loại thuốc ký hiệu VH2K, VH2K1, VII2K2, VII2K3. Kết quả thí nghiệm sơ bộ với 4 mẫu thuốc VII2K xem bảng 24

Bảng 24 Kết quả thí nghiệm sơ bộ với 4 mẫu thuốc VH2K, VH2K1, VII2K2, VII2K3

STT	Thuốc tuyển	Chi phí g/t	Thu hoạch Q.tinh %	Hàm lượng		KII	Ghi chú
				Q.tinh %P ₂ O ₅	Q.thải %P ₂ O ₅		
1	VH2K	300	54.31	25.09	6.27	3.74/1.87	
2	VII2K1	300	53.67	25.28	5.97	4.24/2.36	
3	VH2K2	300	49.24	26.45	7.33	2.56/1.79	
4	VH2K3	300	42.22	26.28	7.07	3.95/2.30	

Mẫu số 3 thuốc tuyển VII2K2 có hệ số tạo bọt tốt hiện quả tuyển ở giá trị chấp nhận được. Vì vậy chọn mẫu thuốc này để nghiên cứu tiếp.

Để chuyển sang thí nghiệm vòng kín đã tiến hành bước thí nghiệm vòng hở. Kết quả thí nghiệm vòng hở xác định lại mức tiêu hao các loại thuốc tuyển để làm vòng kín là: Na₂SiO₃ = 800g/t, Na₂CO₃ = 150g/t, VII2K2 = 230 g/t.

4. Mẫu thuốc tuyển VH-2000

Từ mẫu thuốc tuyển VH-2K2 chúng tôi đã đưa vào sản xuất thành công dây chuyền sản xuất công nghiệp nhưng phải phối trộn với thuốc tuyển của Thụy Điển với tỷ lệ 50/ 50. Chúng tôi đã tiến hành nghiên cứu tạo ra thế hệ thuốc tập hợp mới đó là thuốc tập hợp VH-2000.

Thuốc tập hợp VH-2000 được nghiên cứu tạo mẫu trên cơ sở sử dụng sản phẩm tạo ra trong quá trình nghiên cứu như: DO là sản phẩm oxy hoá từ paraphin lỏng, axit béo từ nguồn dầu gan cá Ngừ và gan cá Linh và dầu sò công nghiệp. Đặc biệt việc sử dụng các phụ gia thích hợp làm nâng cao chất lượng thuốc tuyển , đảm bảo tính chọn lọc và tập hợp tốt nhất, khắc phục bột giai phù hợp với công nghệ tuyển của nhà máy hiện nay. Thuốc tập hợp hữu cơ VH-2000 có các chỉ tiêu chất lượng sản phẩm sau đây:

- Màu sắc ở 20⁰C - màu nâu sẫm
- Trạng thái - lỏng
- Hàm lượng phần hữu cơ - 40 - 55
- Hàm lượng axit béo - ≥ 40
- Hàm lượng kiềm dư - $0,3 \div 0,5$

4.1. Kết quả thí nghiệm tuyển vòng hở và vòng kín mẫu thuốc tuyển VH-2000 tại phòng thí nghiệm của nhà máy tuyển Apatít Lào Cai .

Trên cơ sở axit béo thu hồi từ nguồn phế thải công nghiệp, chúng tôi đã nghiên cứu thay thế 70% axit béo tách ra từ dầu Lạc nguyên chất để chế xuất mẫu thuốc tuyển VH-2000. Kết quả như sau:

4.2. Chế độ pha thuốc tuyển

VH-2000	dung dịch 0,5%
Na_2SiO_3	dung dịch 2%
Na_2CO_3	dung dịch 1%

Bảng 28

Ngày	% P_2O_5 quặng tuyển	% P_2O_5 quặng tinh	% P_2O_5 quặng thải	% thu hoạch	% thực thu
8	14,91	31,70	6,87	32,78	68,84
9	14,81	33,62	7,52	27,93	63,41
10	14,91	32,21	7,86	28,95	62,455
11	15,72	33,13	7,14	33,01	69,57
12	15,12	31,96	6,48	33,91	71,68
13	14,61	32,62	6,53	30,97	69,15
14	14,68	32,74	6,73	30,57	68,17
15	14,21	32,40	6,31	30,28	69,04
TBinh	14,87	32,55	6,93	31,00	67,80

Kết quả ở bảng 15 cho thấy thuốc tập hợp VH-2000 thử tuyển trên dây chuyền Pilot của nhà máy là khả quan, không những quặng tinh và quặng thải có hàm lượng P_2O_5 đạt theo yêu cầu mà trong quá trình tuyển việc vận hành công nghệ đảm bảo dễ dàng, bọt dòn, dễ vỡ, tính tập hợp và tính chọn lọc của thuốc cao hơn so với thuốc MD-20245 của Thụy điển.

4.3. Kết quả thử nghiệm thuốc tuyển VH-2000 trên dây chuyền sản xuất công nghiệp tại nhà máy tuyển quặng Apatit Lào Cai.

Từ kết quả khả quan này, công ty Apatit Lào cai đã quyết định đưa thuốc tập hợp VH-2000 vào sản xuất thử công nghiệp, kết quả như sau:

Kết quả sử dụng thuốc tập hợp VH-2000 trên dây chuyền sản xuất công nghiệp cho thấy:

- Thuốc tuyển VH-2000 có tính tập hợp và chọn lọc cao
- Ít bọt, bọt dòn, dễ vỡ, đáp ứng được công nghệ tuyển của nhà máy khi nâng công suất tuyển lên như thiết kế.
- Hàm lượng P_2O_5 trong quặng thải thấp hơn so với thuốc tuyển MD-20245 của Thụy điển từ 1,2-1,3% làm cho thực thu P_2O_5 và thu hoạch của nhà máy tuyển tăng lên 5-6%.
- Thuốc tập hợp tuyển VH-2000 có biên độ điều chỉnh rộng trong quá trình tuyển vì vậy dễ thích nghi khi quặng đầu vào thay đổi.
- Hiện nay theo đánh giá của nhà máy, thuốc tập hợp tuyển VH-2000 đạt hiệu quả nhất so với các loại thuốc tuyển khác như DPO-93, cũng như MD-20245 của Thụy điển.

Bảng 29

TỪ NGÀY 13/9 ĐẾN NGÀY 12/10 NĂM 2001

Ngày	BÙN VÀO TUYẾN %			SẢN PHẨM %			QUẢNG LỘC %			Năng xuất vàc tuyến Tấn/ ngày	Thu hoạch γ	Thực thu ε
	% rắn	-0,074 mm	P ₂ O ₅	Q. tính P ₂ O ₅	Quảng thái		P ₂ O ₅	-0,04 mm	H ₂ O			
13	37,70	82,28	14,85	33,28	4,80	16,83	32,24	86,54	26,23	3067	35,29	79,08
14	38,04	80,79	15,54	33,00	4,38	15,29	32,47	83,68	25,01	2513	38,99	82,81
15	38,62	79,50	16,14	33,31	5,41	16,29	32,78	80,75	25,46	2741	38,46	79,37
16	39,67	80,90	16,81	34,32	5,97	16,78	32,45	78,43	24,43	2811	38,24	78,06
17	37,66	83,83	17,46	33,54	5,57	15,41	32,64	76,39	23,22	2607	42,51	81,66
18	37,54	83,54	17,28	33,47	5,56	13,83	32,54	81,76	23,77	3250	41,78	80,93
19	39,33	82,35	16,65	33,60	5,14	15,00	32,35	79,04	23,61	2864	40,44	81,61
20	38,92	80,76	17,00	32,59	4,93	15,90	31,77	77,97	24,06	2171	43,64	83,65
21	37,29	84,72	16,36	32,18	5,23	14,87	31,52	79,66	24,24	3086	41,30	81,23
22	39,75	81,72	15,62	33,83	4,74	15,45	31,72	81,18	23,02	3004	37,40	81,00
23	37,82	78,89	16,00	34,34	5,01	15,41	33,49		23,86	2753	37,47	80,42
24	37,83	81,04	15,82	33,68	5,02	16,58	32,94		21,05	2539	37,68	80,23
25	38,17	86,79	15,79	33,24	4,57	15,91	32,29	78,30	22,40	2812	39,13	82,38
26	38,58	82,86	16,12	33,60	5,17	14,04	31,56	75,38	22,95	2940	38,52	80,28
27	40,33	82,32	16,45	34,49	5,67	13,81	31,91	82,23	22,87	1995	37,40	78,42
28	38,62	81,66	16,24	33,90	5,49	13,30	32,97	83,85	23,12	2713	37,84	78,99
29	39,79	83,66	16,52	33,76	5,70	15,21	32,58	80,96	22,88	2667	38,56	78,80
30	37,58	82,00	16,95	33,78	6,93	14,25	33,34	73,31	21,92	2966	37,32	74,37
1	38,12	77,56	17,20	33,27	5,66	13,54	32,97	76,20	22,04	3059	41,80	80,85
2	37,62	82,35	16,37	32,97	5,47	11,29	32,27	77,70	22,86	2494	39,64	79,83
3	36,37	83,45	16,53	33,89	5,67	10,25	33,10	80,43	23,10	2754	38,48	78,90
4	37,46	83,79	16,34	33,61	5,42	9,83	32,45	81,44	23,15	2747	38,70	79,67
5	36,79	83,04	16,70	33,77	5,21	10,62	33,05	75,31	21,51	3200	40,23	81,35
6	37,00	81,25	16,57	33,43	5,01	11,25	33,16	83,11	22,54	2956	40,68	82,06
7	37,93	79,84	16,31	34,26	5,32	10,51	32,80	78,19	22,58	2570	37,98	79,77
8	35,40	83,38	16,91	34,24	4,93	10,78	32,80	90,21	24,01	2389	40,87	82,76
9	38,25	81,49	16,37	33,94	5,12	12,79	33,48	83,39	23,37	3105	39,04	80,93
10	38,00	84,50	16,74	33,92	4,83	12,16	33,39	82,18	23,40	2906	40,94	82,96
11	36,95	81,27	16,80	34,53	5,34	10,37	34,38	86,52	23,51	3060	39,26	80,69
12	37,92	80,45	16,44	33,05	4,94	12,83	32,91	83,80	23,03	3133	40,91	82,24
TB	38,04	82,07	16,43	33,63	5,28	13,68	32,68	80,64	23,31	2795,73	39,34	80,52

C. HIỆU QUẢ KINH TẾ

Kết quả nghiên cứu của đề tài đã tạo ra công nghệ ổn định sản xuất thuốc tập hợp hữu cơ VH-2000 dùng để tuyển nổi quặng apatit loại III Lào Cai. Trên cơ sở công nghệ đó, chúng tôi đã tổ chức sản xuất thử gần 200 tấn thuốc tuyển cung cấp cho Công ty apatit Lào Cai và hiệu quả kinh tế được đánh giá như sau:

I. Tính toán giá thành sản phẩm: tính cho sản xuất 1 tấn thuốc tập hợp VH-2000 bao gồm:

1. Tổng chi phí cho sản xuất.	28.550.700
Trong đó:	
1.1 Chi phí nguyên vật liệu chính	10.541.200
1.2 Chi phí cho nguyên vật liệu phụ, bao bì	8.845.000
1.3 Chi phí cho năng lượng điện nước	2.364.500
1.4 Lương, phụ cấp, bảo hiểm xã hội + thuê khoán chuyên môn	5.730.000
1.5 Chi phí quản lý	800.000
2. Tổng chi phí gián tiếp về khấu hao tài sản cố định.	10.350.200
Trong đó:	
2.1 Khấu hao thiết bị	3.069.400
2.2 Khấu hao nhà xưởng	666.800
2.3 Chi phí hoàn thiện công nghệ	1.664.000
2.4 Tiếp thị giới thiệu sản phẩm mới	4.950.000
Tổng giá thành sản phẩm (1+2) là:	38.900.000

Tổng chi phí cho 1 tấn thuốc tập hợp VH-2000 = 38.900.000 đ

Giá bán cho 1 tấn thuốc tuyển VH-2000 là (chưa tính thuế VAT) = 46.300.000 đ

Lãi ròng Si là: $46.300.000 - 38.900.000 = 7.400.000 \text{ đ/T}$

Lãi ròng Ih tính theo tỷ lệ phần trăm là = 16%

II. Tính toán giá thành sản phẩm khi xây dựng nhà máy đưa vào sản xuất công nghiệp ổn định

Với kết quả sản xuất thử 200 tấn thuốc tuyển với giá chúng tôi đã tính toán đầy đủ, nếu xây dựng nhà máy sản xuất ổn định với công suất 1.500 tấn năm

nhằm cung cấp hoàn toàn thuốc tuyến cho nhà máy thay thế thuốc nhập ngoại thì giá thành sẽ hạ hơn, cụ thể như sau:

1. Tổng chi phí cho sản xuất sẽ giảm thống nhất là 30% chi phí vật tư, vì nguyên liệu sẽ sử dụng hoàn toàn trong nước. Khi paraffin của nhà máy lọc dầu Dung Quất, dầu lạc nguyên chất thay bằng các axit béo thu hồi từ nguồn phế thải công nghiệp v.v..

Và như vậy, tổng chi phí cho sản xuất từ 28.550.700 đ/1tấn sản phẩm giảm 30% xuống còn: 19.033.800 đ.

2. Tổng chi phí gián tiếp và khấu hao tài sản cố định.

Khi sản xuất công nghiệp sẽ giảm các nội dung sau:

- Mục 2.3 ở trên - Chi phí hoàn thiện công nghệ: 1.664.000 đ

- Mục 2.4 ở trên - Chi giới thiệu sản phẩm mới: 4.950.000 đ.

Như vậy, tổng chi phí gián tiếp và khấu hao tài sản cố định chỉ còn:

3.736.200đ

Tổng chi phí để sản xuất công nghiệp 1 tấn thuốc tuyến VH-2000 là $(1+2) = 22.770.000$ đ.

Giá bán 1 tấn thuốc tuyến VH-2000 định kiến 2,5 USD/kg = 37.800.000 đ/T

Lãi ròng Si là: $37.800.000 - 22.770.000 = 15.030.000$ đ/T

Lãi ròng tính theo tỷ lệ phần trăm $\approx 40\%$.

KẾT LUẬN:

Từ phân tích toán ở mục I và II cho thấy ngay trong quá trình sản xuất thử nghiệm ở quy mô nhỏ (120 T/năm), thuốc tuyến VH-2000 đã thể hiện rõ tính ưu việt về kinh tế. Đó là: sau khi chi phí hết các hạng mục và đặc biệt là hạng mục đầu tư cho nghiên cứu hoàn thiện giá thuốc tuyến VH-2000 vẫn thấy hơn giá nhập ngoại của công ty và vẫn mang lại lãi ròng là 16%.

Sau khi chúng tôi đã nghiên cứu hoàn thiện và sử dụng hoàn toàn nguyên liệu trong nước như paraffin, axit béo thu hồi từ phế thải công nghiệp, giá nguyên liệu giảm ít nhất là 30% so với nhập ngoại. Do đó, giá thuốc tuyến khi sản xuất công nghiệp chỉ còn 2,5 USD/kg hoàn toàn cạnh tranh được thuốc nhập ngoại

không những về chất lượng mà còn về giá (vì thuốc của Thụy Điển hiện nay đang nhập là 3,2 USD/kg). Không những có thể hạ giá thuốc tuyền mà còn mang lại lãi ròng là 40%. Có thể nói đây là siêu lợi nhuận mà lâu nay các tập đoàn cung cấp thuốc tuyền cho nước ta thu được.

Với hiệu quả kinh tế, chúng tôi cho rằng việc tổ chức xây dựng nhà máy sản xuất thuốc tuyền quặng apatit để cung cấp cho nhà máy tuyền không chỉ có ý nghĩa về mặt xã hội (hoàn toàn là nguyên liệu trong nước, công nghệ và thiết bị do ta chế tạo) mà còn có ý nghĩa kinh tế thật sự, có thể mang lại hiệu quả kinh tế hàng chục tỷ đồng cho cơ sở sản xuất và tạo công ăn việc làm cho người Việt Nam, tạo ra niềm tự hào cho các nhà khoa học Việt Nam, tạo ra khả năng tiết kiệm ngoại tệ.

D- PHÂN KẾT LUẬN VÀ KIẾN NGHỊ:

Kết quả nghiên cứu KHCN - nghiên cứu phát triển tổng hợp thuốc tập hợp hữu cơ VH-2000 có thể thay thế hoàn toàn thuốc tuyến nhập ngoại của Thụy Điển, tóm tắt như sau:

Đã nghiên cứu chọn lọc được nguồn paraffin lỏng thay thế cho nguyên liệu paraffin tách ra từ dầu diezen và đã tiến hành nghiên cứu thành công công nghệ oxy hoá trực tiếp paraffin tạo ra sản phẩm DO có chất lượng cao phù hợp để sản xuất thuốc tập hợp hữu cơ tuyến nổi quặng Apatít. Thành công này có ý nghĩa quan trọng trong thành công của dự án sản xuất thử và sản xuất công nghiệp sau này. Nhờ đó, từ một công nghệ hết sức phức tạp, tính khả thi thấp thành một công nghệ có tính khả thi cao và có hiệu quả kinh tế lớn. Với sự thay đổi về công nghệ dự án đã giải quyết được vấn đề chất thải rắn, lỏng mà trước đây chưa giải quyết được (trước đây chỉ sản xuất 1 tấn sản phẩm tạo ra 3.5 tấn phế thải độc hại rất tốn kém cho quá trình xử lý).

2. Đã nghiên cứu thành công qui trình công nghệ cải tiến tính tan của thuốc tuyến PO-93 khắc phục cơ bản nhược điểm trước đây là khi pha thuốc phải đun nóng chảy PO-93 gây khó khăn cho nhà máy. Mặt khác, từ PO-93 đặc rắn 25% hoạt chất này chuyển về dạng lỏng 100% hoạt chất tiết kiệm đáng kể thùng chứa và vận chuyển.

3. Đã nghiên cứu thành công công nghệ tách axit béo từ dầu thực vật công nghiệp và phế thải công nghiệp, thay cho axit béo tách ra từ dầu lạc làm thuốc tuyến quặng Apatít loại III Lào Cai. Có thể nói đây là lần đầu tiên chúng ta đã tổ chức nghiên cứu và đưa vào sản xuất công nghiệp công nghệ thu hồi axit béo từ dầu Sở công nghiệp, dầu gan cá Ngừ và gan cá Linh từ phế thải của các nhà máy tinh luyện dầu thực vật làm nguyên liệu chính để sản xuất thuốc tuyến. Công trình này thực sự có ý nghĩa Khoa học và thực tiễn góp phần nâng cao chất lượng thuốc tập hợp VH-2000.

4. Từ các sản phẩm nghiên cứu phát triển của dự án đã áp dụng vào sản xuất công nghiệp và tạo ra thuốc tập hợp VH-2000 có nhiều ưu điểm như tính tập hợp và

tính chọn lọc cao, bột mang quặng tốt dòn và dễ vỡ biên độ điều chỉnh rộng, do đó thuận lợi cho công nghệ tuyển khi phải điều chỉnh quặng đầu vào có hàm lượng P_2O_5 thay đổi. Đặc biệt VH-2000 khi đưa vào tuyển công nghiệp đã thể hiện tính nổi trội so với thuốc MD-20245 của Thụy Điển. Đó là, quặng thải có hàm lượng P_2O_5 từ 5 - 5,5% trong khi đó thuốc của Thụy Điển quặng thải có hàm lượng P_2O_5 từ 6 - 6,5% (cao hơn 1-1,5%), do đó, thu hoạch và thực thu thấp hơn thuốc VH-2000 từ 6-8%.

5. Bằng tiến bộ của mình, Viện đã tự thiết kế chế tạo và lắp đặt thành công dây chuyền sản xuất thuốc tập hợp với công suất 120 tấn/ năm và đã sản xuất được 150 tấn thuốc VH-2K2 và VH-2000 đưa vào thay thế 100% thuốc nhập ngoại của nhà máy tuyển quặng và khẳng định thuốc nội của chúng ta hoàn toàn có thể thay thế thuốc tuyển ngoại.

6. Công trình không những thành công về mặt công nghệ mà còn thành công về phương pháp quản lý tổ chức nghiên cứu KHCN. công trình đã tập trung được sức mạnh, sự đoàn kết của các nhà khoa học trong và ngoài Viện. Sự gắn kết giữa khoa học và sản xuất giữa Viện Hoá Học Công Nghiệp và Tổng công ty Hoá chất Việt nam. Với thành công này chúng ta có thể hoàn toàn khẳng định xây dựng một nhà máy sản xuất thuốc tuyển trên cơ sở công nghệ của chúng ta. Công trình càng khẳng định năng lực công nghệ và trí tuệ của cán bộ Khoa học khi được Nhà nước đầu tư và tạo mọi điều kiện thuận lợi cho nghiên cứu khoa học.

KIẾN NGHỊ:

1. Công trình nghiên cứu phát triển tổng hợp thuốc tập hợp hữu cơ VH-2000 để tuyển nổi quặng Apatít loại III Lào Cai đã thể hiện đầy đủ tính mới, tính sáng tạo trong khoa học. Tính mới của công trình là lần đầu tiên chúng ta tổ chức nghiên cứu tận dụng phế thải công nghiệp (dầu gan cá, cặn phế thải của nhà máy tinh luyện dầu thực vật) và dầu công nghiệp (dầu Sỡ) làm nguyên liệu để sản xuất thuốc tuyển, có nghĩa là biến phế thải thành nguyên liệu chính. Tính sáng tạo của công trình nghiên cứu ở chỗ thay thế được paraffin mà không dùng dầu DO tạo ra

công nghệ từ phức tạp sang giản đơn, từ công nghệ tạo ra phế thải lớn hơn 3 lần so với sản phẩm thì công nghệ không có phế thải rắn vô lý- công trình nghiên cứu khoa học đã mang lại hiệu quả kinh tế rõ rệt. Đó là: Sử dụng nguồn nguyên liệu trong nước, đặc biệt là phân phế thải để sản xuất thuốc tuyến thay thế thuốc nhập ngoại tiết kiệm ngoại tệ, tạo công ăn việc làm cho đồng bào vùng sâu vùng xa (như đồng bào trồng cây Sứ hiện nay không có nơi tiêu thụ đầu)

- Công trình nghiên cứu tạo ra công nghệ ổn định và tiến tới có thể chuyển giao công nghệ để xây dựng nhà máy sản xuất thuốc tuyến mà không cần nhập Knowhow của nước ngoài.

- Sản phẩm thuốc tuyến có ý nghĩa xã hội to lớn đó là phục vụ thị trường đồng bào vùng sâu (Lào Cai) và phục vụ cho nền sản xuất nông nghiệp nước nhà.

Chính vì những kết quả đó, chúng tôi kính đề nghị hội đồng, đề nghị Nhà nước cấp giải thưởng Bifotec năm 2001 cho dự án nghiên cứu cải tiến thuốc tập hợp VH-2000.

2. Đề nghị Tổng công ty Hoá chất Việt Nam và công ty Apatít Lào Cai sử dụng 100% thuốc tuyến nội VH-2000 nhằm thay thế hàng nhập ngoại tiết kiệm ngoại tệ chủ động và mang lại hiệu quả kinh tế cho nước nhà.

3. Đề nghị Bộ Khoa học công nghệ môi trường, Bộ công nghiệp, Tổng công ty Hoá chất Việt Nam hỗ trợ và giao nhiệm vụ cho Viện tiếp tục nghiên cứu nhằm hoàn thiện và nâng cao chất lượng thuốc tuyến hơn nữa. Phấn đấu đưa quặng thái P_2O_5 xuống 3-4% và giảm hàm ẩm của quặng lọc xuống 15-16%.

PHỤ LỤC 1

BÁO CÁO

KẾT QUẢ NGHIÊN CỨU
TUYỂN QUẶNG APATIT LOẠI III LÀO CAI
BẰNG THUỐC TUYỂN DPO-93A
QUY MÔ VÒNG KÍN TRONG PHÒNG THÍ NGHIỆM

VIỆN TRƯỞNG VIỆN HHCN

TS Mai Ngọc Chúc

CHỦ NHIỆM ĐỀ TÀI:

-KS Hà Văn Vội (Viện HHCN)

NHỮNG NGƯỜI THAM GIA:

- KS Lê Thị Hoa (Viện HHCN)

- KS Bùi Đăng Học (Viện HHCN)

- KS Nguyễn Hoài Vân (Viện HHCN)

- KS Phùng Đức Độ (CTy Mỏ)

- KS Nguyễn Thị Minh (CTy Mỏ)

- KS Nguyễn Thị Dung (CTy Mỏ)

HÀ NỘI 10-1999

MỤC LỤC

A- PHẦN MỞ ĐẦU	tr. 1
I-ĐẶT VẤN ĐỀ	tr. 1
II- MỤC TIÊU ĐỀ TÀI	tr. 1
III- NỘI DUNG ĐỀ TÀI	tr. 2
B- KẾT QUẢ NGHIÊN CỨU VÀ KIẾN NGHỊ	tr. 3
I- CHUẨN BỊ MẪU THUỐC TUYẾN	tr. 3
II- KẾT QUẢ NGHIÊN CỨU	tr. 4
III- KẾT LUẬN VÀ KIẾN NGHỊ	tr. 29
C- CÁC KẾT QUẢ THỬ NGHIỆM CÔNG NGHIỆP	tr. 30
I- KẾT QUẢ TUYẾN CN THUỐC TUYẾN DPO-93A, 10/99	tr. 30
II- KẾT QUẢ TUYẾN CN THUỐC TUYẾN DPO-93, 9/96	tr. 32
III- TỔNG HỢP CÁC KẾT QUẢ TUYẾN CN	tr. 34
D- PHẦN PHỤ LỤC.	tr. 35

A- PHẦN MỞ ĐẦU

I-ĐẶT VẤN ĐỀ

Thuốc tuyển DPO-93 do Viện Hoá học Công nghiệp sản xuất với quy mô nhỏ (công suất thiết bị 20 tấn/năm) đã được thử nghiệm đạt những kết quả khả quan trên dây chuyền tuyển công nghiệp tại nhà máy tuyển quặng Apatit Lào cai năm 1996.

Trên cơ sở những kết quả đã đạt được, Bộ Công nghiệp, Tổng công ty Hoá chất Việt nam đã quyết định cho Viện Hoá học Công nghiệp lập phương án sản xuất thuốc tuyển ở quy mô bán công nghiệp với công suất 120 tấn/năm. Từ tháng 5/1999 dây chuyền sản xuất thuốc tuyển đã đi vào hoạt động.

Thuốc tuyển DPO-93A được sản xuất ở quy mô bán công nghiệp trên cơ sở cải tiến từ thuốc tuyển DPO-93 (thay thế nguyên liệu sản xuất DO là Parafin tách từ dầu Diezen bằng Parafin có sẵn trên thị trường). Thuốc tuyển DPO-93A đã được kiểm tra chất lượng sản phẩm cũng như nghiên cứu tuyển sơ bộ (tuyển vòng hồ) quặng Apatit loại III trong phòng thí nghiệm và cho các kết quả tuyển tương đương DPO-93.

Tuy nhiên, để đánh giá chất lượng sản phẩm sản xuất từ nguồn nguyên liệu mới và trên dây chuyền thiết bị có công suất lớn, để ổn định các thông số công nghệ tuyển và hiệu quả kinh tế khi áp dụng tuyển nổi quặng Apatit loại III trên dây chuyền tuyển công nghiệp, thuốc tuyển DPO-93A cần phải được nghiên cứu tuyển tỉ mỉ thêm vòng kín trong phòng thí nghiệm nhằm xác định các thông số công nghệ tuyển và chỉ tiêu tiêu hao thuốc tuyển đối với quặng Apatit loại III Lào cai.

II-MUC TIÊU CỦA ĐỀ TÀI.

Nghiên cứu tuyển thử vòng kín theo sơ đồ mô phỏng dây chuyền công nghệ tuyển của nhà máy tuyển quặng Apatit loại III Lào cai nhằm xác định các tính chất của thuốc tuyển DPO-93A, các thông số công nghệ tuyển và chỉ tiêu tiêu hao thuốc tuyển. Trên cơ sở đó, đưa ra một quy trình và chỉ tiêu công nghệ tuyển thích hợp có thể áp dụng trong tuyển quặng Apatit loại III ở quy mô công nghiệp và có những điều chỉnh thích ứng quy trình công nghệ sản xuất và chất lượng của thuốc tuyển DPO-93A tại Viện Hoá học Công nghiệp.

III- NỘI DUNG ĐỀ TÀI:

1- Thí nghiệm đánh giá khả năng đạt các chỉ tiêu hiện tại của nhà máy

- Thu quặng tinh có hàm lượng P_2O_5 $\geq 32\%$

- Hàm lượng quặng thải:

- Thu hoạch: 28,57%

- Thực thu: 59,67%

2- Thí nghiệm xác định tỷ lệ DO/PO, đánh giá các tính chất khi tuyển::
tính tập hợp, tính chọn lọc...

3- Thí nghiệm xác định chi phí thuốc tuyển DPO-93A và các phụ gia tuyển.

4- Xác lập các thông số công nghệ tuyển và phối liệu thuốc thích hợp có thể áp dụng vào tuyển quặng Apatit loại III ở quy mô công nghiệp tại nhà máy tuyển Apatit Lào cai.

B- KẾT QUẢ NGHIÊN CỨU VÀ KIẾN NGHỊ

I-CHUẨN BI MẪU THUỐC TUYỂN

Các mẫu thuốc tuyển DPO-93A được chuẩn bị trên cơ sở lấy từ sản phẩm DO-93A được sản xuất trên dây chuyền thiết bị oxy hoá gián đoạn có công suất 80 kg DO-93A (100% hoạt chất)/mẻ phản ứng và nguyên liệu đầu là Parafin nhập ngoại có thành phần hoá học tương đương Parafin tách từ dầu Diesel (xem bảng phụ lục 1). Thuốc tuyển PO-93A lấy từ sản phẩm của quá trình thuỷ phân dầu thực vật trên thiết bị có công suất 180 kg PO-93A (100% hoạt chất)/ mẻ phản ứng.

Các mẫu này được lấy theo quy trình lấy mẫu

Các chỉ tiêu về chất lượng sản phẩm của các mẫu như sau:

(xem thêm phụ lục 2)

1- DO-93A:

a- DO-93A1:

-Hàm lượng hoạt chất:	50%
-Chỉ số axit phần Hữu cơ	102

b- DO-93A2:

Hàm lượng hoạt chất:	50%
-Chỉ số axit phần Hữu cơ	108

c- DO-93A3:

-Hàm lượng hoạt chất:	45%
-Chỉ số axit phần Hữu cơ	102

2- PO-93A.

a- PO-93A1

-Hàm lượng hoạt chất	100%
-Chỉ số axit	200

b- PO-93A2

-Hàm lượng hoạt chất	30%
-Chỉ số axit	200

II. KẾT QUẢ NGHIÊN CỨU

Để tìm ra loại thuốc tốt nhất trong 5 loại thuốc tập hợp trên đã tiến hành thí nghiệm sơ bộ: Với mẫu quặng nghiền >95% cấp - 0,074mm theo phân tích hầu như đã giải phóng gần toàn bộ các hạt apatít xâm nhiễm mịn, vì vậy việc tuyển lựa sẽ có hiệu quả hơn. dùng thuốc điều chỉnh môi trường là thủy tinh lỏng Việt Trì, xôda Trung Quốc, NaOH Việt Trì (là những hoá chất nhà máy đang dùng) và nước cất để làm các thí nghiệm lựa chọn thuốc tập hợp, nhận thấy loại thuốc nổi trội hơn cả là DO - 93A2 kết hợp với PO - 93A2. Từ kết quả chọn lựa đó đã quyết định làm các thí nghiệm chi tiết với loại thuốc tập hợp trên.

Để xác định mức chi phí phù hợp của thuốc tập hợp cũng như thuốc điều chỉnh môi trường và khả năng kết hợp tốt nhất của 2 loại DO và PO đã chuẩn trên các chế độ tuyển: Thay đổi các chi phí thuốc điều chỉnh môi trường đó là thủy tinh lỏng, xôda và NaOH, chạy trên mỗi sự thay đổi đó là các chi phí thuốc tập hợp từ 300 g/t đến 500 g/t và các tỉ lệ PO trong thuốc tập hợp chiếm từ 10% đến 80%. Tất cả các thí nghiệm này đều sử dụng nước Lào cai để tuyển với mục đích tiếp cận càng gần với thực tế để loại trừ các sai số khi chuyển từ qui mô phòng thí nghiệm sang bán công nghiệp và công nghiệp.

1- Thí nghiệm xác định loại thuốc tập hợp.

Để xác định loại thuốc tập hợp, ngoài những yếu tố như thuốc, quặng còn phải sử dụng nước cất dùng để tuyển mục đích loại bớt những ion kim loại nặng (có trong nước) ảnh hưởng đến thuốc tập hợp. Sau khi dùng nước cất, thủy tinh lỏng Việt Trì, Xôda Trung Quốc và 5 loại thuốc tập hợp của Viện Hoá để thí nghiệm trên cơ sở kết hợp giữa 2 loại thuốc DO và PO đã chọn ra được 2 loại thuốc có khả năng tốt hơn cả đó là DO- 93A2 và PO- 93A2. Kết quả thí nghiệm được ghi trong bảng 1.

Bảng 1:

Kết quả tuyển vồng hồ xác định loại thuốc tuyển.
 xác định chỉ phí tuyển: tinh lông = 1000 g/t, xóda = 500 g/t, thuốc tập
 hợp = 400 g/t).

số tn	sản phẩm	Thu hoạch γ (%)	Hàm lượng β (%) H_2O_2	Thực thu ξ (%)	Loại thuốc tập hợp
12	Tinh quặng	22.96	34.08	49.06	DO-93A1 + PO-93A1
	trung gian1	15.46	14.49	14.04	
	trung gian2	9.54	21.52	12.87	
	Tuyển vớt	3.66	10.46	2.40	
	Đuôi	48.38	7.13	21.63	
	Cộng	100.00	15.95	100.00	
13	Tinh quặng	23.84	33.98	50.85	DO-93A1 + PO-93A2
	trung gian1	15.61	14.81	14.51	
	trung gian2	9.19	20.13	11.61	
	Tuyển vớt	2.81	10.41	1.84	
	Đuôi	48.55	6.95	21.19	
	Cộng	100.00	15.93	100.00	
14	Tinh quặng	27.23	34.65	58.93	DO-93A2 + PO-93A1
	trung gian1	15.16	15.63	14.80	
	trung gian2	9.37	21.19	12.40	
	Tuyển vớt	2.90	9.63	1.74	
	Đuôi	45.34	4.29	12.13	
	Cộng	100.00	16.01	100.00	
15	Tinh quặng	29.40	35.64	65.45	DO-93A2 + PO-93A2
	trung gian1	14.22	14.29	12.69	
	trung gian2	8.91	22.87	12.73	
	Tuyển vớt	2.33	8.71	1.27	
	Đuôi	45.14	2.79	7.86	
	Cộng	100.00	16.01	100.00	
16	Tinh quặng	26.53	34.46	57.61	DO-93A3 + PO-93A1
	trung gian1	15.81	15.17	15.11	
	trung gian2	9.74	21.10	12.95	
	Tuyển vớt	3.12	9.54	1.88	
	Đuôi	44.80	4.41	12.45	
	Cộng	100.00	15.87	100.00	

17	Tinh quặng	27.75	33.79	58.78	DO-93A3 + PO-93A2
	trung gian1	15.56	15.92	15.53	
	trung gian2	9.98	21.08	13.19	
	Tuyển vớt	2.01	9.68	1.22	
	Đuôi	44.70	4.03	11.28	
	Cộng	100.00	15.95	100.00	

2- Thí nghiệm xác định tỉ lệ DO/PO.

Sau khi đã xác định được các loại thuốc, ta sẽ tiến hành làm thí nghiệm với sự thay đổi các tỉ lệ pha trộn thuốc (DO/PO). Cũng như các loạt thí nghiệm khác, để xác định chính xác tỉ lệ pha trộn thuốc tập hợp, cần phải cố định các điều kiện tuyển (ví dụ như nước, mẫu quặng, chi phí thuốc đè chìm, thuốc điều chỉnh môi trường, độ PH bùn tuyển, chi phí thuốc tập hợp...) chỉ thay đổi tỉ lệ pha trộn thuốc tập hợp. Kết quả được ghi trong bảng 2.

Bảng 2:

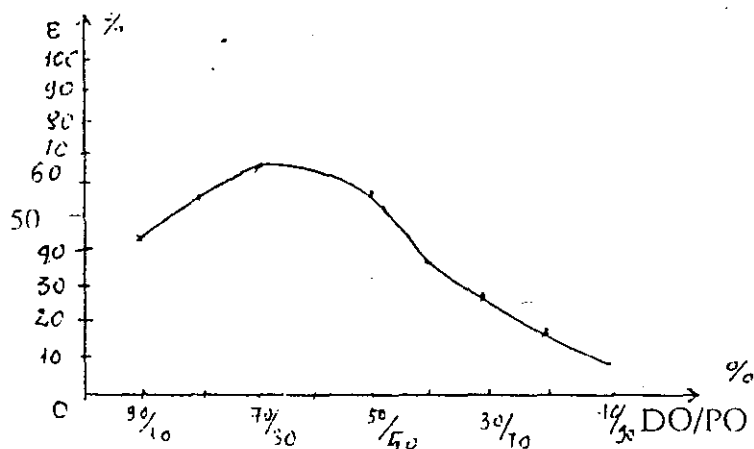
Kết quả tuyển vớt xác định tỉ lệ thuốc DO/PO.

(Cố định chi phí thủy tinh lỏng = 1000 g/t, xóda = 500 g/t, thuốc tập hợp = 400 g/t).

Số tn	Sản phẩm	Thu hoạch $\gamma(\%)$	Hàm lượng $\beta(\%) \text{FeO}_2$	Thực thu $\epsilon(\%)$	Tỉ lệ DO/PO
18	Tinh quặng	18.46	37.11	43.17	90/10
	trung gian1	14.96	15.84	14.93	
	trung gian2	8.81	21.76	12.08	
	Tuyển vớt	2.01	12.79	1.62	
	Đuôi	55.76	8.03	28.20	
	Cộng	100.00	15.87	100.00	
19	Tinh quặng	24.35	36.60	56.05	80/20
	trung gian1	14.83	16.08	15.00	
	trung gian2	8.68	20.57	11.23	
	Tuyển vớt	2.36	7.75	1.15	
	Đuôi	49.73	5.29	16.57	
	Cộng	100.00	15.90	100.00	

20	Tính quãng	29.18	35.91	66.28	70/30
	trung gian1	15.08	15.08	14.38	
	trung gian2	8.78	19.75	10.96	
	Tuyến vết	1.98	6.63	0.83	
	Đuôi	44.98	2.65	7.55	
	Cộng	100.00	15.81	100.00	
21	Tính quãng	25.08	36.66	57.46	60/40
	trung gian1	15.00	14.85	13.92	
	trung gian2	9.12	20.58	11.73	
	Tuyến vết	1.87	8.30	0.97	
	Đuôi	48.93	4.88	14.92	
	Cộng	100.00	16.00	100.00	
22	Tính quãng	16.53	36.89	38.23	50/50
	trung gian1	14.90	15.70	14.67	
	trung gian2	9.01	20.38	11.51	
	Tuyến vết	2.12	11.96	1.59	
	Đuôi	57.44	9.44	34.00	
	Cộng	100.00	15.95	100.00	
23	Tính quãng	13.78	34.87	30.01	40/60
	trung gian1	15.11	15.90	15.01	
	trung gian2	8.97	21.47	12.03	
	Tuyến vết	2.48	12.59	1.95	
	Đuôi	59.66	11.00	41.00	
	Cộng	100.00	16.01	100.00	
24	Tính quãng	10.21	33.60	21.67	30/70
	trung gian1	14.87	15.95	14.98	
	trung gian2	8.72	21.55	11.87	
	Tuyến vết	1.91	15.50	1.18	
	Đuôi	64.29	12.22	50.30	
	Cộng	100.00	15.83	100.00	
25	Tính quãng	7.98	30.86	15.51	20/80
	trung gian1	15.06	15.56	14.76	
	trung gian2	9.15	20.65	11.90	
	Tuyến vết	1.84	16.83	1.95	
	Đuôi	65.97	13.45	55.88	
	Cộng	100.00	15.88	100.00	

Từ bảng 2 ta dựng được đồ thị (hình 1).



Hình 1: Ảnh hưởng của tỉ lệ thuốc tập hợp đến thực thu quặng tinh.

Đồ thị trên biểu thị ảnh hưởng của tỉ lệ giữa hai loại thuốc DO, PO đến thực thu quặng tinh, với trục tung là tỉ lệ thực thu quặng tinh, còn trục hoành là tỉ lệ pha trộn thuốc DO/PO trong thành phần thuốc tập hợp.

Từ kết quả đồ thị thấy rằng: Tại chế độ thuốc pha trộn theo tỉ lệ DO/PO = 70/30 đạt kết quả tốt hơn cả, ở mức tỉ lệ này, đạt được thực thu = 66,28%, hàm lượng β = 35,91% P_2O_5 , quặng đuôi còn lại θ = 2,65% P_2O_5 .

Ở các chế độ thuốc pha trộn theo các tỉ lệ khác, kết quả thu được kém hơn hẳn, còn ở hai tỉ lệ lân cận (là 80/20 và 60/40) thì kết quả thu được có kém hơn so với tỉ lệ tối ưu đôi chút (tương ứng với các thực thu là 56,05% và 57,46%; các hàm lượng tương ứng là 36,60% P_2O_5 và 36,66% P_2O_5 ; quặng đuôi thải còn lại tương ứng là 5,29% P_2O_5 và 4,88% P_2O_5).

Nhìn vào kết quả vòng hồ này, ta đi đến kết luận một cách định tính: Tính khả tuyến (tập hợp và chọn lọc) của thuốc tập hợp DO- 93A2 và PO- 93A2 mạnh tại các tỉ lệ pha trộn DO/PO từ 70/30 đến 60/40. Khi làm thí nghiệm tại hai tỉ lệ này quặng đuôi thải còn lại tương đối ít, có thể chấp nhận được để áp dụng vào làm các thí nghiệm vòng kín. Tuy nhiên trước khi tiến hành làm các thí nghiệm vòng kín, cần phải kiểm tra lại chế độ chi phí thuốc tối ưu trong hai chế độ tỉ lệ này trên các thí nghiệm vòng hồ.

Căn cứ vào kết quả tại bảng 2 và đồ thị hình 1, thực thu quặng tinh đạt cao nhất tại tỉ lệ pha trộn thuốc = 70/30, ngoài ra tỉ lệ

60/40 kết quả cũng xấp xỉ và đứng hàng thứ hai sau nó do đó chúng ta chỉ làm các thí nghiệm vòng hồ với mức chi phí thuốc tập hợp = 400 g/t và thay đổi chi phí thuốc dề chìm, thuốc điều chỉnh môi trường cho tỉ lệ 70/30, sau đó lấy giá trị tối ưu để tuyển với tỉ lệ 60/40. Cuối cùng dùng cố định những chi phí chuẩn về thuốc dề chìm và điều chỉnh môi trường ở trên để làm biến đổi thông số chi phí thuốc tập hợp theo trạng thái ± 400 g/t. Kết quả thu được biểu diễn trên bảng 3.

Bảng 3:

Kết quả thí nghiệm thay đổi chi phí thuốc dề chìm, thuốc điều chỉnh môi trường

(Giữ nguyên chi phí thuốc tập hợp = 400 g/t tỉ lệ DO/PO = 70/30)

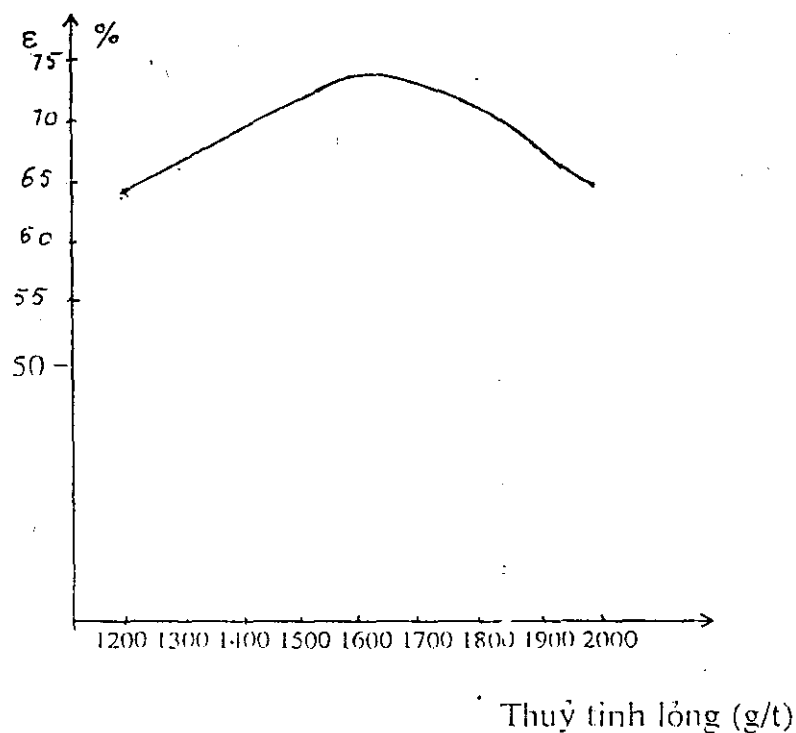
Số TT	Chi phí thuốc (g/t)		Sản phẩm	Thu hoạch (%)	Hàm lượng P_2O_5 (%)	Thực thu (%)
	TTL	Xôda				
26	2000	0	Q.tinh	33.71	30.00	63.60
			T.gian	16.21	16.08	16.39
			Q.đuôi	50.08	6.35	20.01
			Cộng	100.00	15.90	100.00
27	1900	0	Q.tinh	36.99	29.01	67.66
			T.gian	15.83	16.11	16.08
			Q.đuôi	47.18	5.47	16.26
			Cộng	100.00	15.86	100.00
28	1800	0	Q.tinh	39.19	29.15	72.26
			T.gian	15.19	16.32	15.68
			Q.đuôi	45.62	4.48	12.06
			Cộng	100.00	15.81	100.00
29	1700	0	Q.tinh	39.57	29.13	72.59
			T.gian	16.00	16.01	16.13
			Q.đuôi	44.43	4.03	11.28
			Cộng	100.00	15.88	100.00

Stt	TTL	Xòda	S.phẩm	T.hoach	H.lượng	T.thu
30	1600	0	Q.tính	42.13	27.78	73.84
			T.gian	15.91	15.31	15.37
			Q.đuôi	41.96	4.08	10.79
			Cộng	100.00	15.85	100.00
31	1500	0	Q.tính	38.17	29.35	70.50
			T.gian	16.08	16.42	16.62
			Q.đuôi	45.75	4.47	12.88
			Cộng	100.00	15.89	100.00
32	1400	0	Q.tính	36.19	30.05	68.87
			T.gian	15.88	16.61	16.70
			Q.đuôi	47.93	4.75	14.43
			Cộng	100.00	15.79	100.00
33	1300	0	Q.tính	35.89	29.24	66.13
			T.gian	16.23	16.25	16.62
			Q.đuôi	47.88	5.72	17.25
			Cộng	100.00	15.87	100.00
34	1200	0	Q.tính	34.92	29.50	64.99
			T.gian	16.15	16.75	17.07
			Q.đuôi	48.93	5.81	17.94
			Cộng	100.00	15.85	100.00
35	1400	100	Q.tính	37.11	28.65	67.29
			T.gian	16.65	16.41	17.29
			Q.đuôi	46.24	5.27	15.42
			Cộng	100.00	15.80	100.00
36	1300	200	Q.tính	38.61	28.17	68.79
			T.gian	16.32	16.08	16.60
			Q.đuôi	45.07	5.11	14.61
			Cộng	100.00	15.81	100.00

Sit	TTL	Nôda	S.phẩm	T.hoach	H.lượng	T.thu
37	1200	300	Q.tinh	39.88	27.75	69.32
			T.gian	16.02	16.00	16.17
			Q.đuôi	44.10	5.03	14.01
			Cộng	100.00	15.85	100.00
38	1100	400	Q.tinh	42.02	27.22	72.16
			T.gian	15.73	15.34	15.22
			Q.đuôi	42.25	4.73	12.62
			Cộng	100.00	15.85	100.00
39	1000	400	Q.tinh	44.91	26.80	75.84
			T.gian	15.37	14.70	14.24
			Q.đuôi	39.72	3.96	9.92
			Cộng	100.00	15.87	100.00
40	1000	500	Q.tinh	44.32	26.85	75.13
			T.gian	15.63	15.01	14.81
			Q.đuôi	40.05	3.98	10.06
			Cộng	100.00	15.84	100.00

Từ kết quả bảng 3 cho thấy rằng: Khi làm các thí nghiệm giữ nguyên chỉ phí thuốc tập hợp = 400 g/t với tỉ lệ tham gia DO/PO = 70/30, còn thay đổi chỉ phí thủy tinh lỏng từ 2000 g/t đến 1200 g/t (theo tính toán lượng chỉ phí thủy tinh lỏng này vừa làm thuốc dề chìm vừa làm thuốc điều chỉnh môi trường), thì kết quả thu được (thực thu quặng tinh) nếu biểu diễn trên đồ thị chúng cũng tạo thành một đường cong. Nếu lấy trục hoành là đơn vị đo tỉ lệ thực thu quặng tinh, còn trục tung là lượng chỉ phí thủy tinh lỏng, thì cũng tại vị trí chỉ phí 1600 g/t thủy tinh lỏng cho kết quả cực đại. Ngoài ra trên đồ thị hình 2 còn cho thấy các vị trí chỉ phí thủy tinh lỏng = 1800 g/t và 1700 g/t kết quả thu được cũng xấp xỉ giá trị cực đại đó. Vì vậy ở đây ta có thể sử dụng một mức chỉ phí thủy tinh lỏng dao động trong khoảng từ 1600 - 1800 g/t để tuyển quặng. Cũng theo tính toán, nếu ta dùng từ 1400 - 1000 g/t thủy tinh lỏng làm thuốc dề chìm, còn dùng một lượng từ 100 - 500 g/t xô đa làm thuốc điều chỉnh môi trường, cũng tại kết quả bảng 3 cho thấy với một lượng

thủy tinh lỏng dần ít đi còn lượng xôda dần tăng lên thì tỉ lệ thực thu quặng tinh cũng tăng lên theo và đạt được giá trị cao nhất tại vị trí chỉ phí thủy tinh lỏng = 1000 g/t, xôda = 400 g/t. tuy nhiên tại đây bột tuyển nổi có phần có thể tích lớn hơn, hàm lượng quặng đuôi thải còn ít. chỉ với một lần tuyển chính quặng đuôi còn lại là 3,96% P_2O_5 . Ở các chế độ lân cận trái và phải, kết quả thu được cũng gần xấp xỉ với chế độ tối ưu trên.



Hình 2: Ảnh hưởng của chỉ phí thủy tinh lỏng đến kết quả tuyển.

Như vậy, theo các kết quả thí nghiệm ở bảng 3, ta đã tìm được các chế độ chỉ phí riêng thủy tinh lỏng và chỉ phí thủy tinh lỏng kết hợp với xôda tối ưu để sử dụng với 400 g/t thuốc tập hợp là:

1600 - 1800 g/t thủy tinh lỏng

hoặc 1000 g/t thủy tinh lỏng + (400 - 500) g/t xôda

Với chỉ phí tối ưu cho môi trường tuyển như trên, đã áp dụng cho tuyển với tỉ lệ DO/PO = 60/40 cũng nhận được kết quả tuyển tính như vậy.

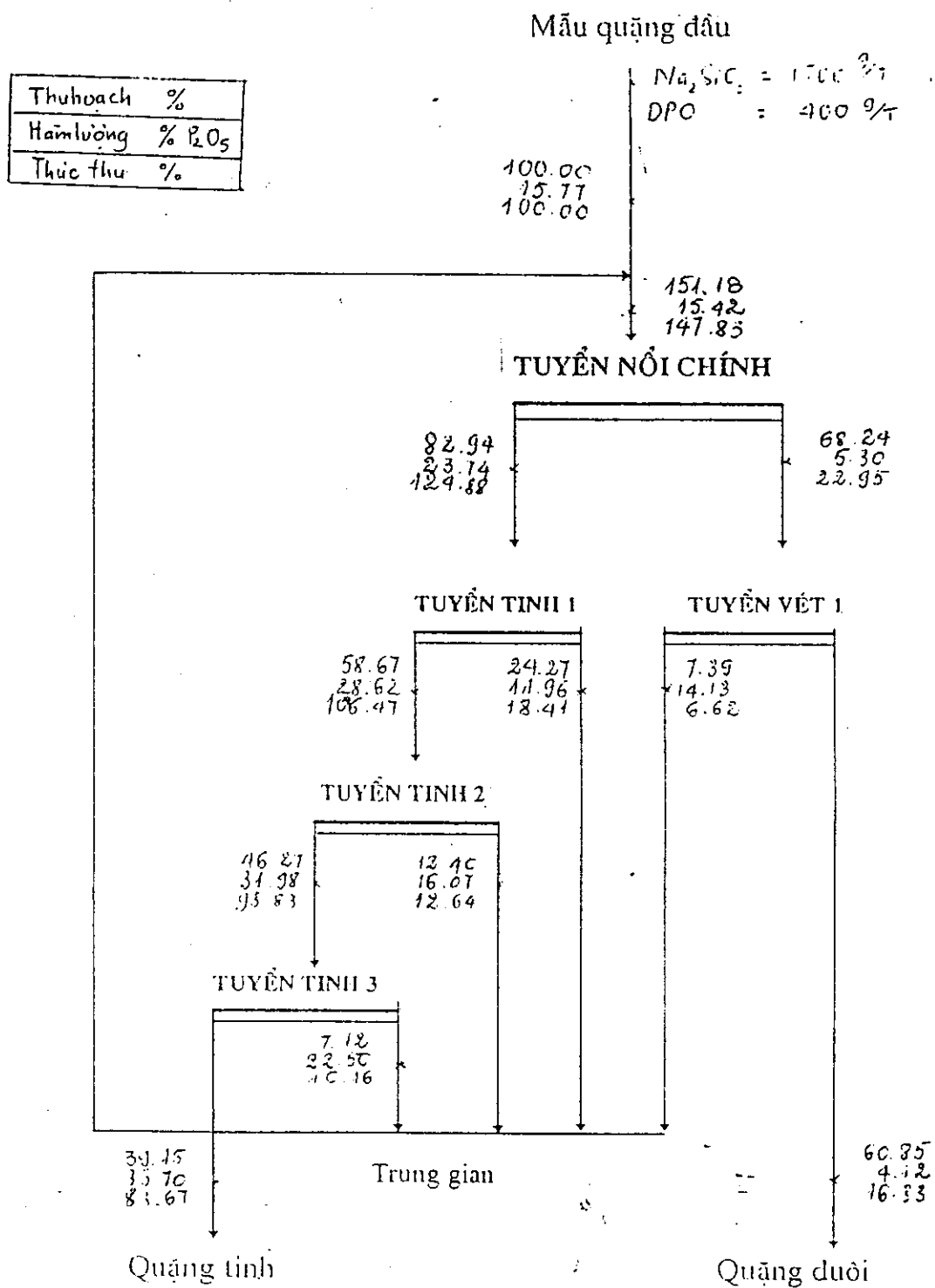
Để xác định một cách chính xác hơn những nhận định của các kết quả thí nghiệm vòng hở trên: đã tiến hành làm các thí nghiệm vòng kín kiểm định các mức chi phí tối ưu cũng như tỉ lệ thuốc (DO/PO) tối ưu trên sơ đồ mô phỏng dây chuyền công nghệ của nhà máy tuyển công nghiệp. Trong dây chuyền này xác định chính xác hơn chi phí của thuốc khi có sản phẩm trung gian quay lại trong quá trình tuyển. Trong việc tuyển chọn theo sơ đồ vòng kín này, đầu vào là quặng đầu, còn đầu ra là 2 sản phẩm: quặng tinh thành phẩm và quặng đuôi, lượng trung gian sẽ được quay lại trong chu trình tuyển (vào tuyển chính). Trong thành phần của trung gian ngoài việc mang theo một lượng nhất định thuốc tập hợp còn chứa rất nhiều các yếu tố khác, chính vì vậy trong tuyển vòng kín chi phí thuốc tập hợp sẽ thay đổi ít nhiều, ảnh hưởng đến kết quả tuyển, thường là xấu đi so với tuyển vòng hở.

3- Kết quả tuyển vòng kín

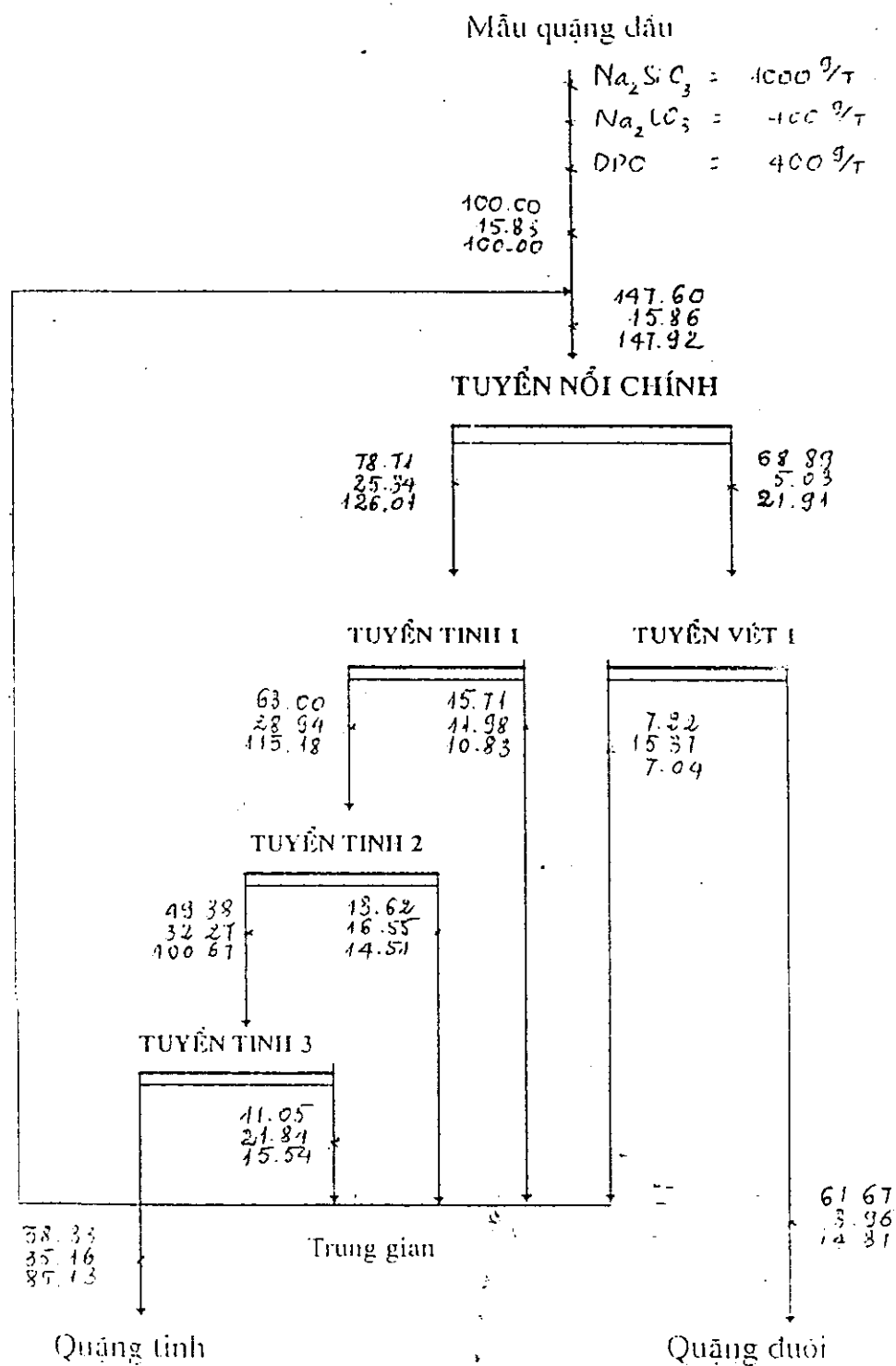
Căn cứ vào những kết quả tuyển vòng hở, để xác định một cách chính xác hơn (xác định định lượng) những điều kiện tối ưu của tuyển vòng hở để đạt được thực thu cao nhất, đã tiến hành kiểm nghiệm bằng vòng kín trên các điều kiện tối ưu đó.

Công tác làm thí nghiệm vòng kín sẽ cho phép ta biết được ảnh hưởng của tính chất thuốc tập hợp tới khả năng thu hồi quặng tinh và lượng mất mát vào quặng thải nhiều hay ít cùng với việc các hạt quặng khó tuyển sẽ đi theo chiều hướng như thế nào, độ phân tuyển ra sao là phụ thuộc vào tính chất mạnh hay yếu của thuốc tập hợp.

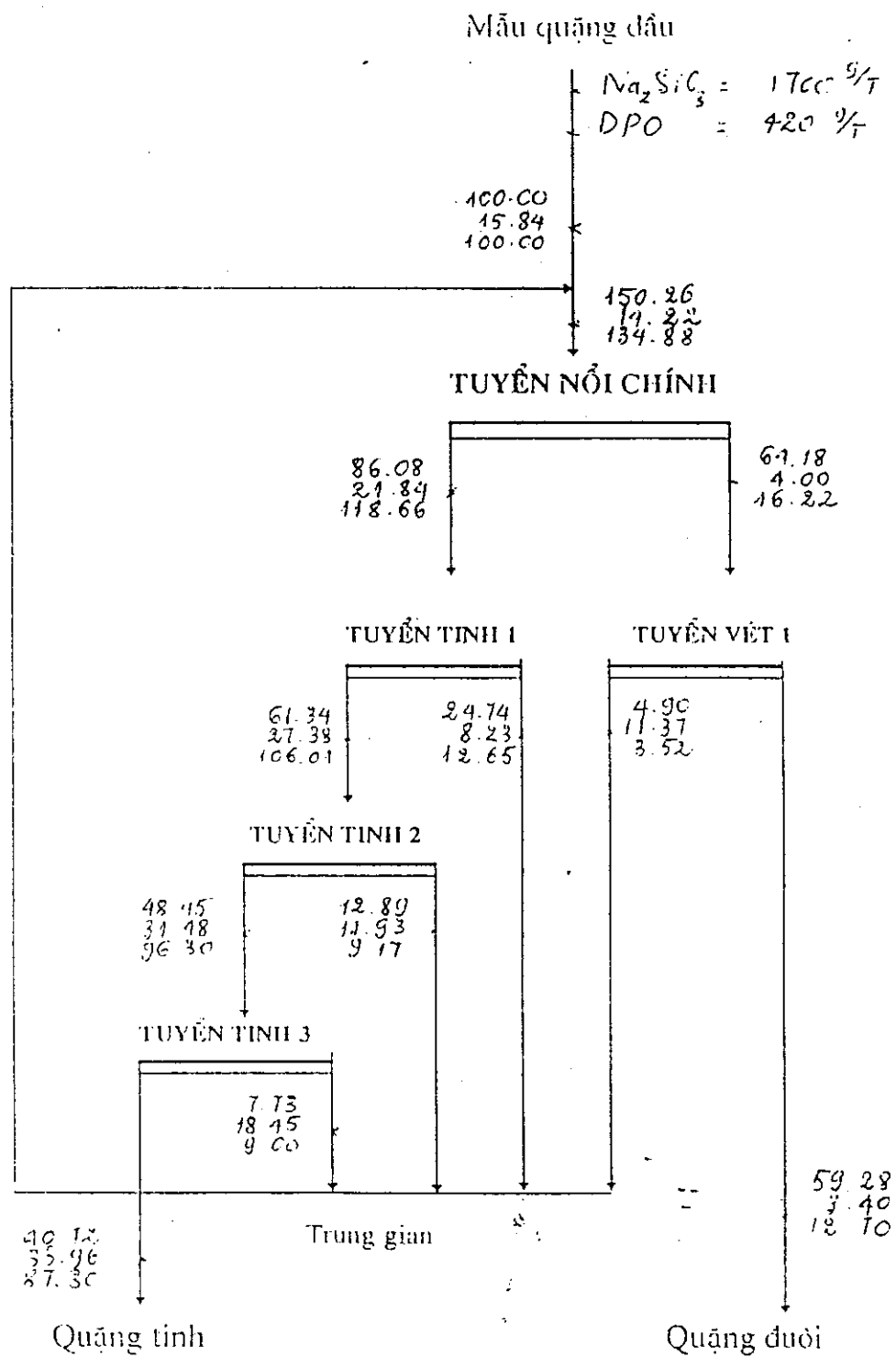
Đã làm hàng loạt các thí nghiệm vòng kín như thay đổi chế độ chi phí thuốc đè chìm và điều chỉnh môi trường, thay đổi tỉ lệ DO/PO trong thành phần thuốc tập hợp, thay đổi chi phí thuốc tập hợp cũng như thay đổi lượng thuốc cấp vào tuyển chính, tuyển vét khác nhau (cấp phân đoạn), điều chỉnh đan chéo các chi phí thủy tinh lỏng và xoda... Kết quả thí nghiệm được biểu diễn trên các sơ đồ định lượng từ hình 3 đến hình 14.



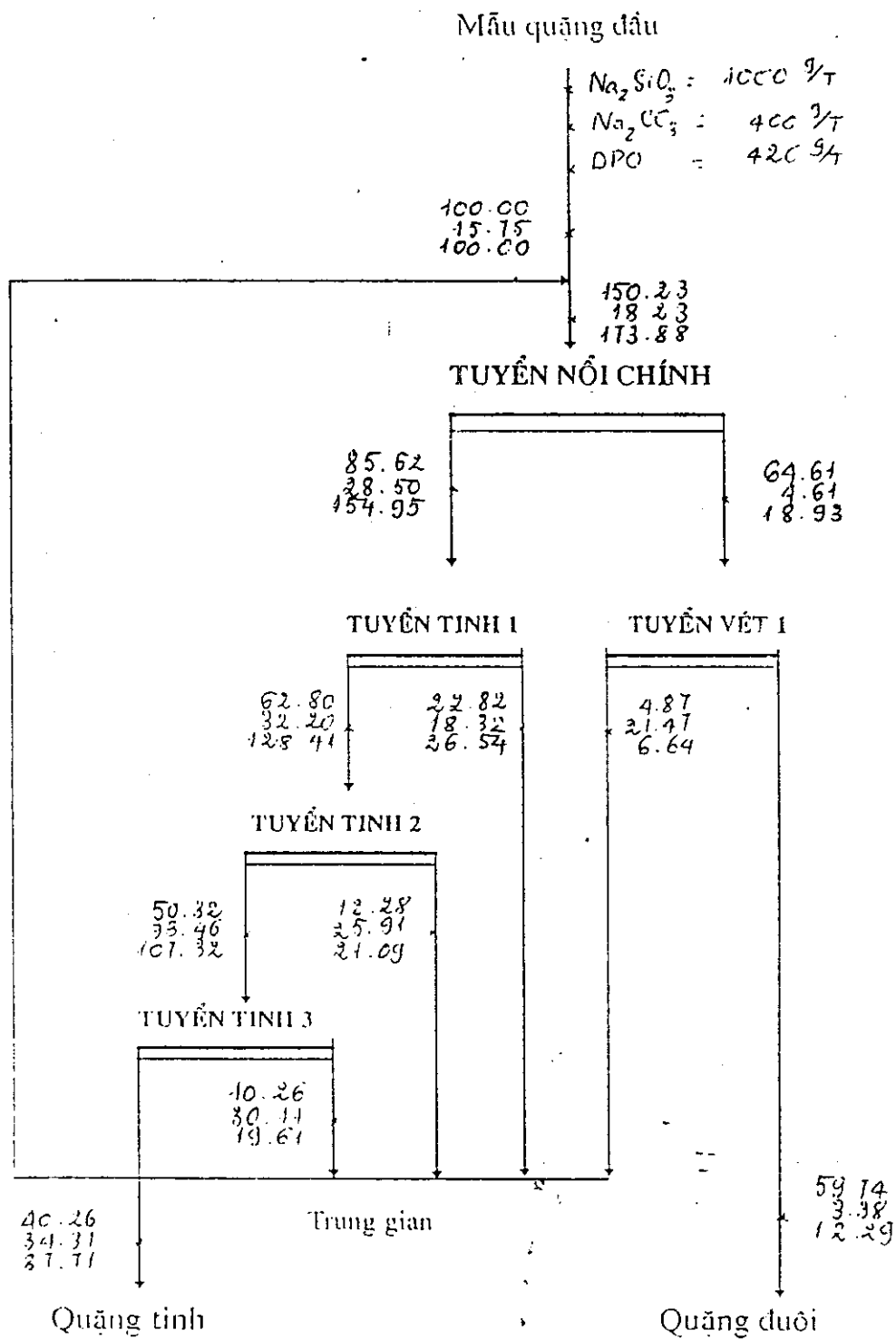
Hình 3: Sơ đồ định lượng thí nghiệm 45



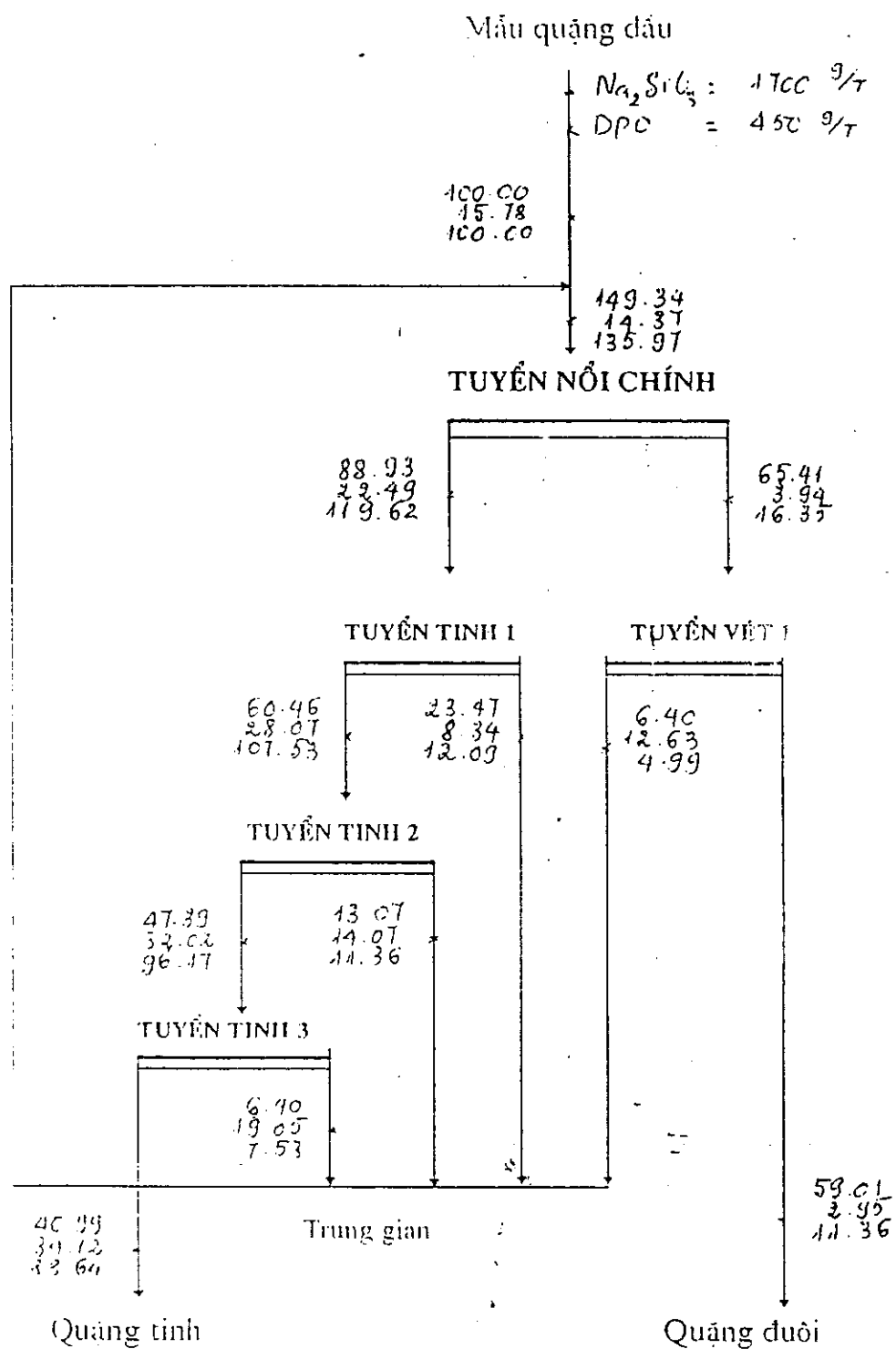
Hình 4: Sơ đồ định lượng thí nghiệm 50



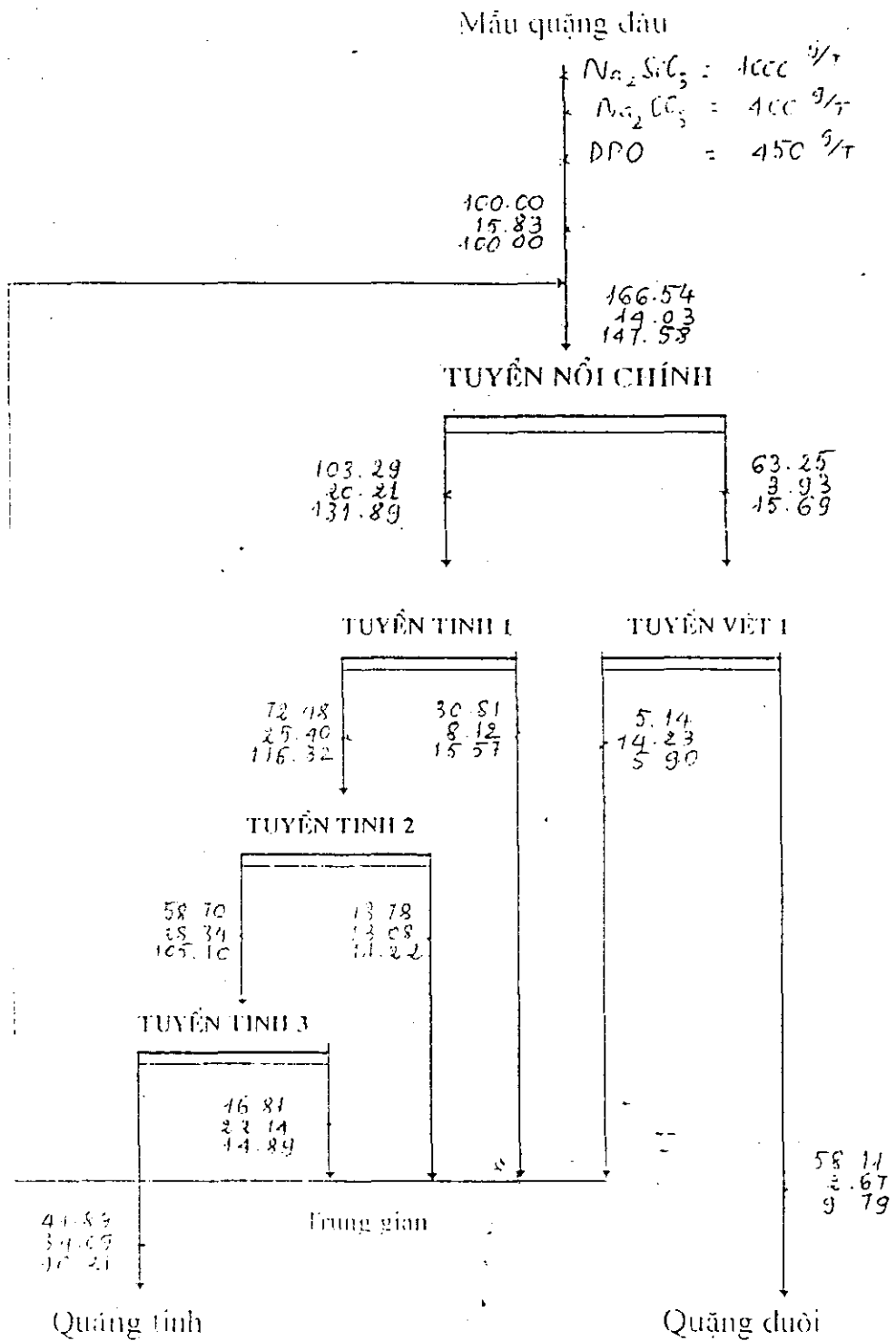
Hình 5: Sơ đồ định lượng thí nghiệm 52



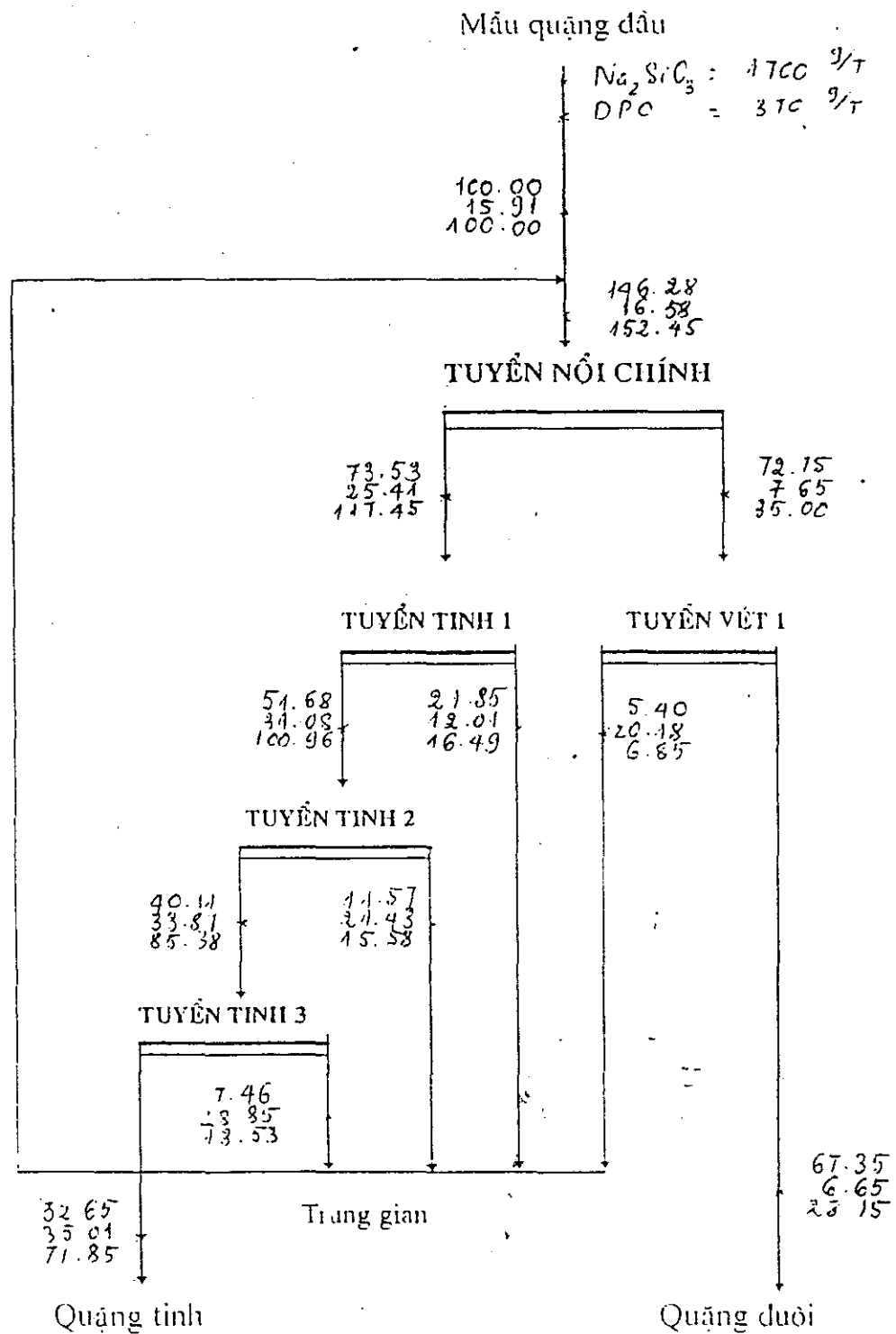
Hình 6: Sơ đồ định lượng thí nghiệm 53



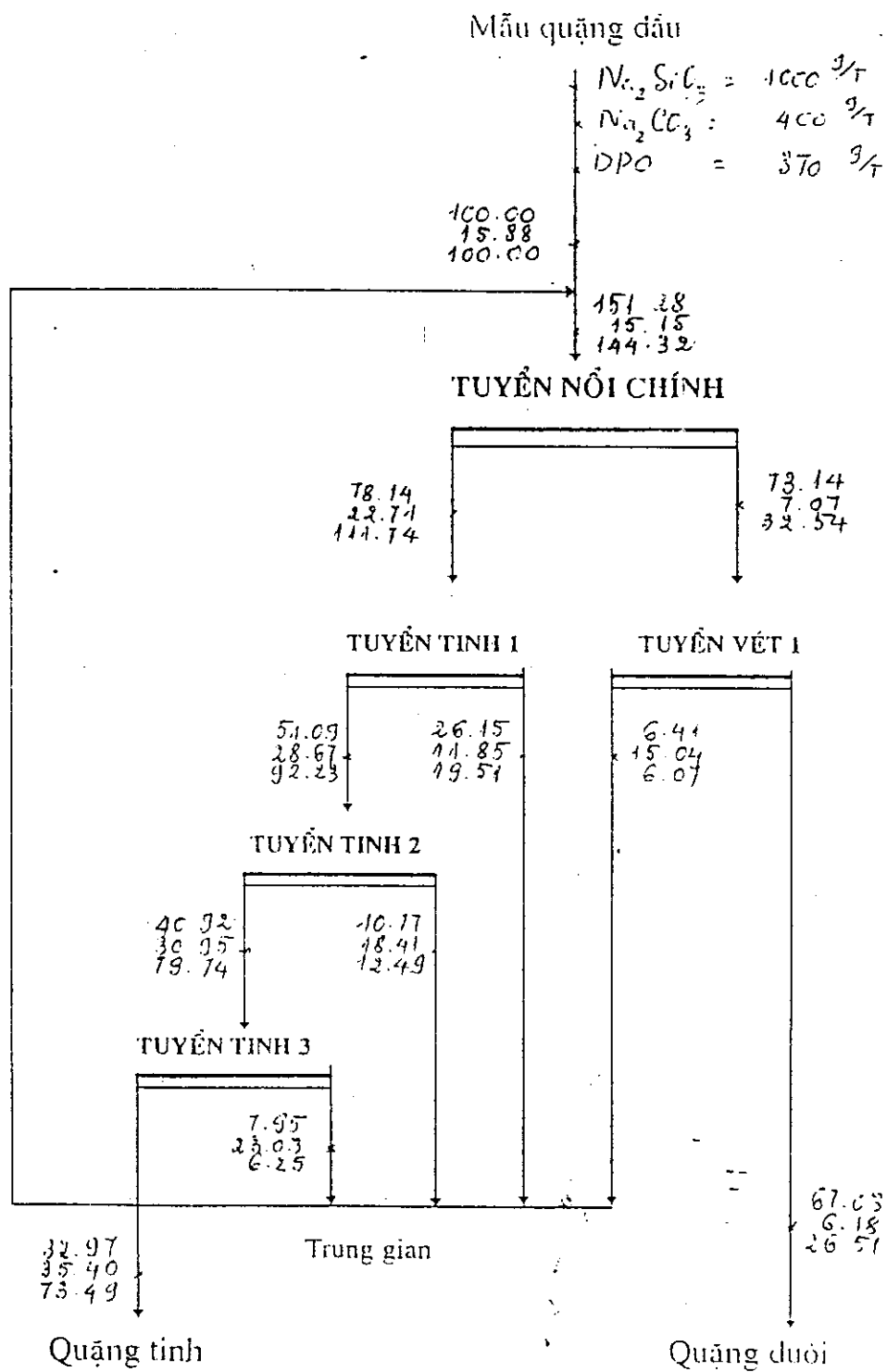
Hình 7: Sơ đồ định lượng thí nghiệm 54



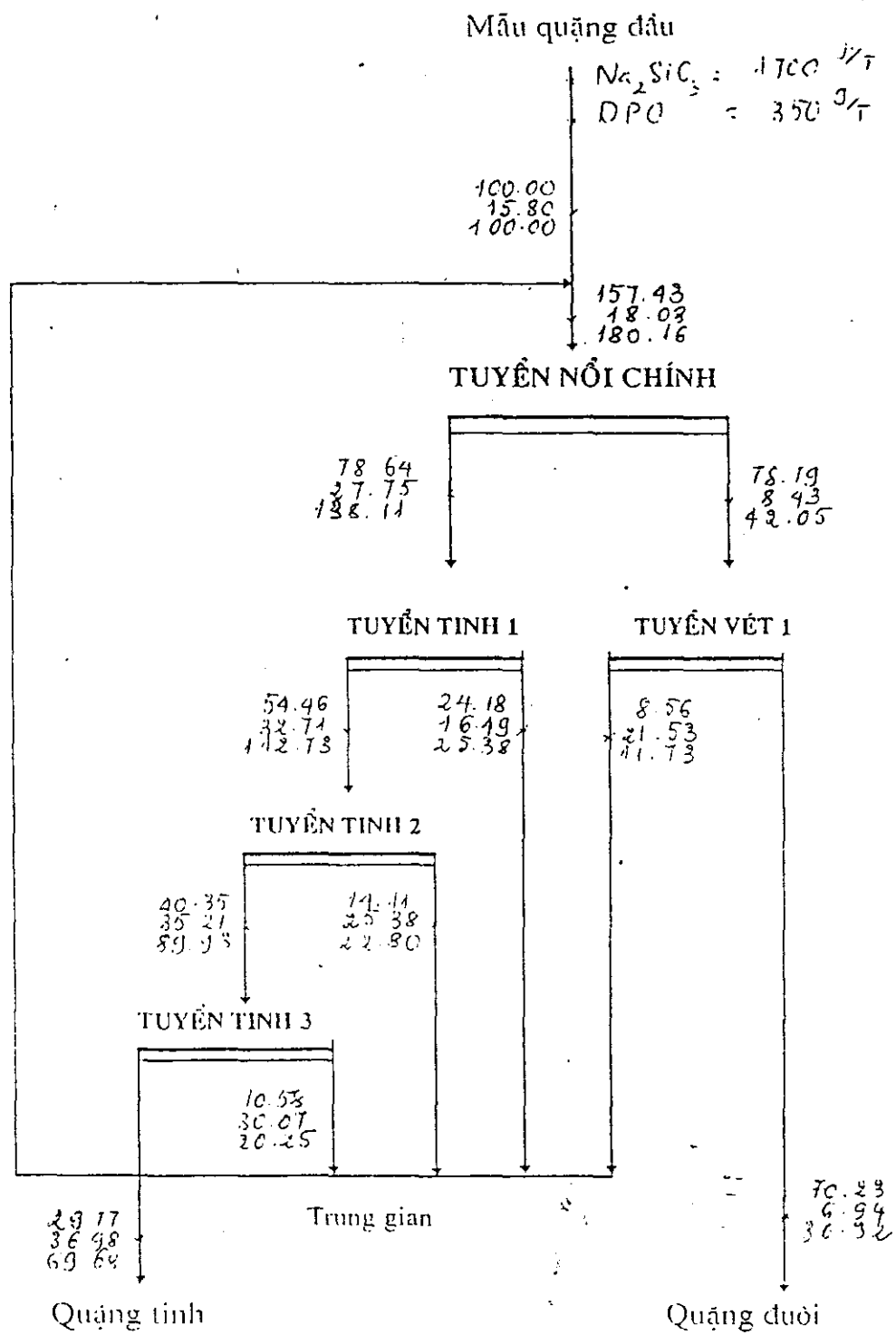
Hình 8: Sơ đồ định lượng thí nghiệm 55



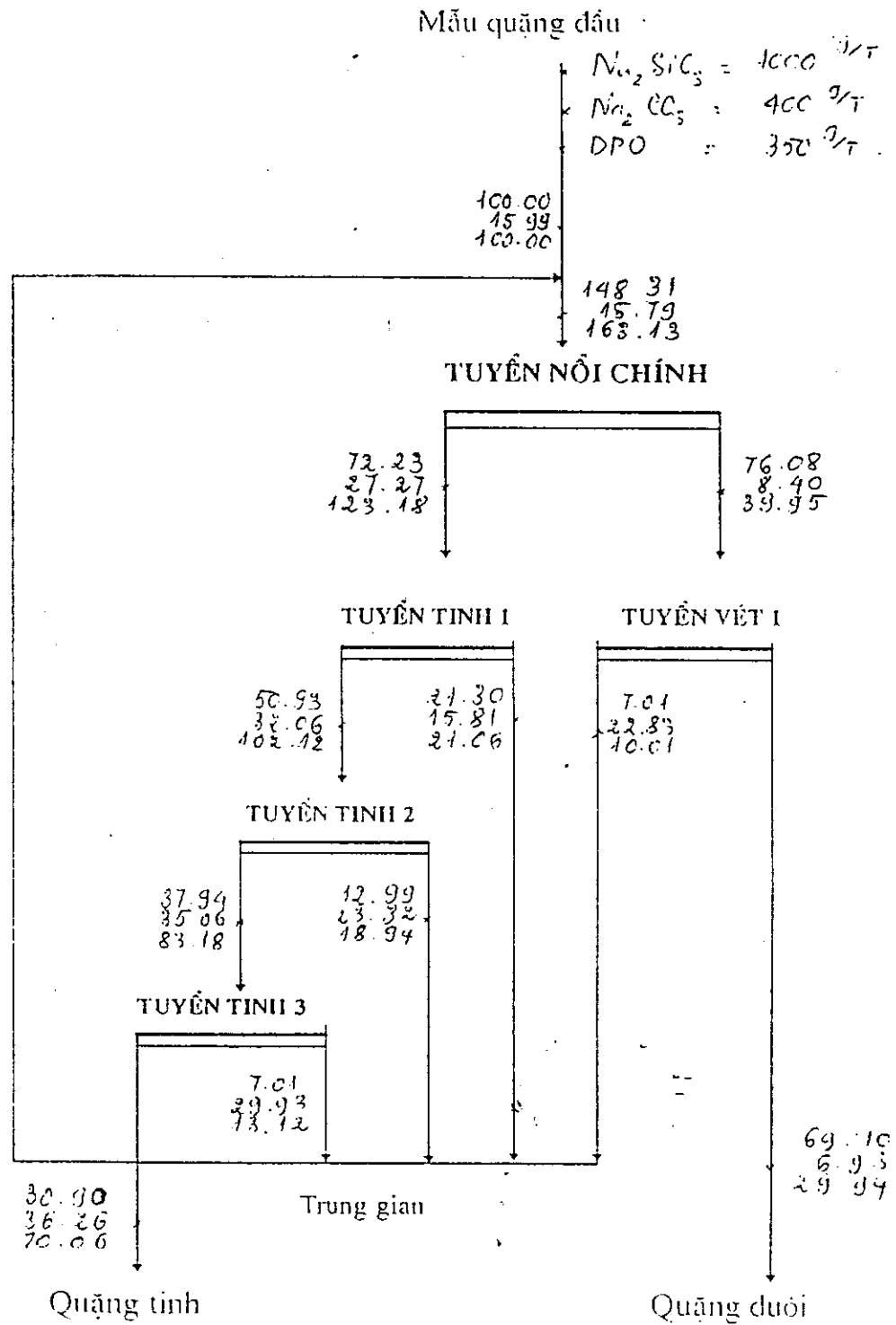
Hình 9: Sơ đồ dinh lượng thí nghiệm 57



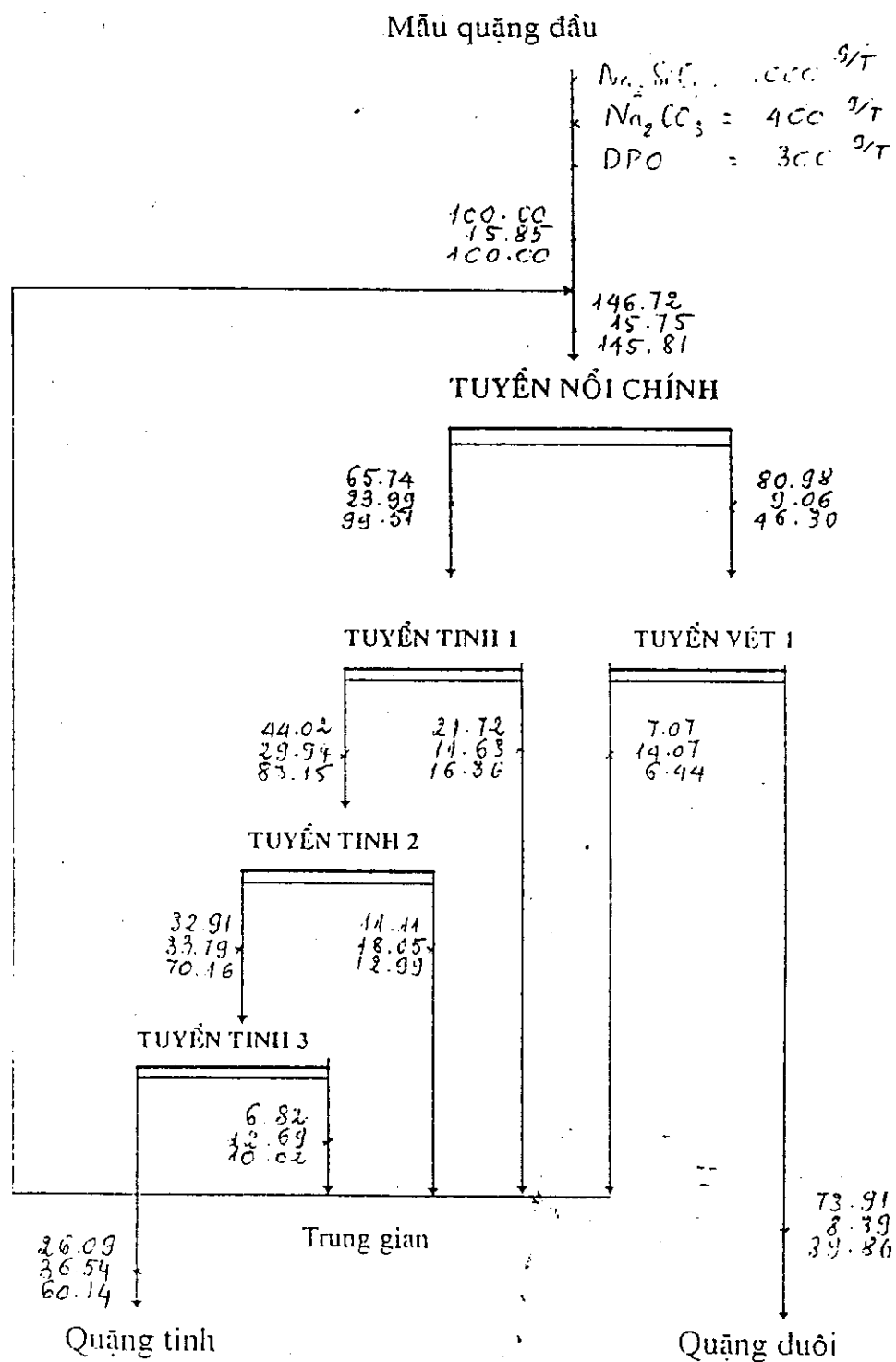
Hình 10: Sơ đồ định lượng thí nghiệm 58



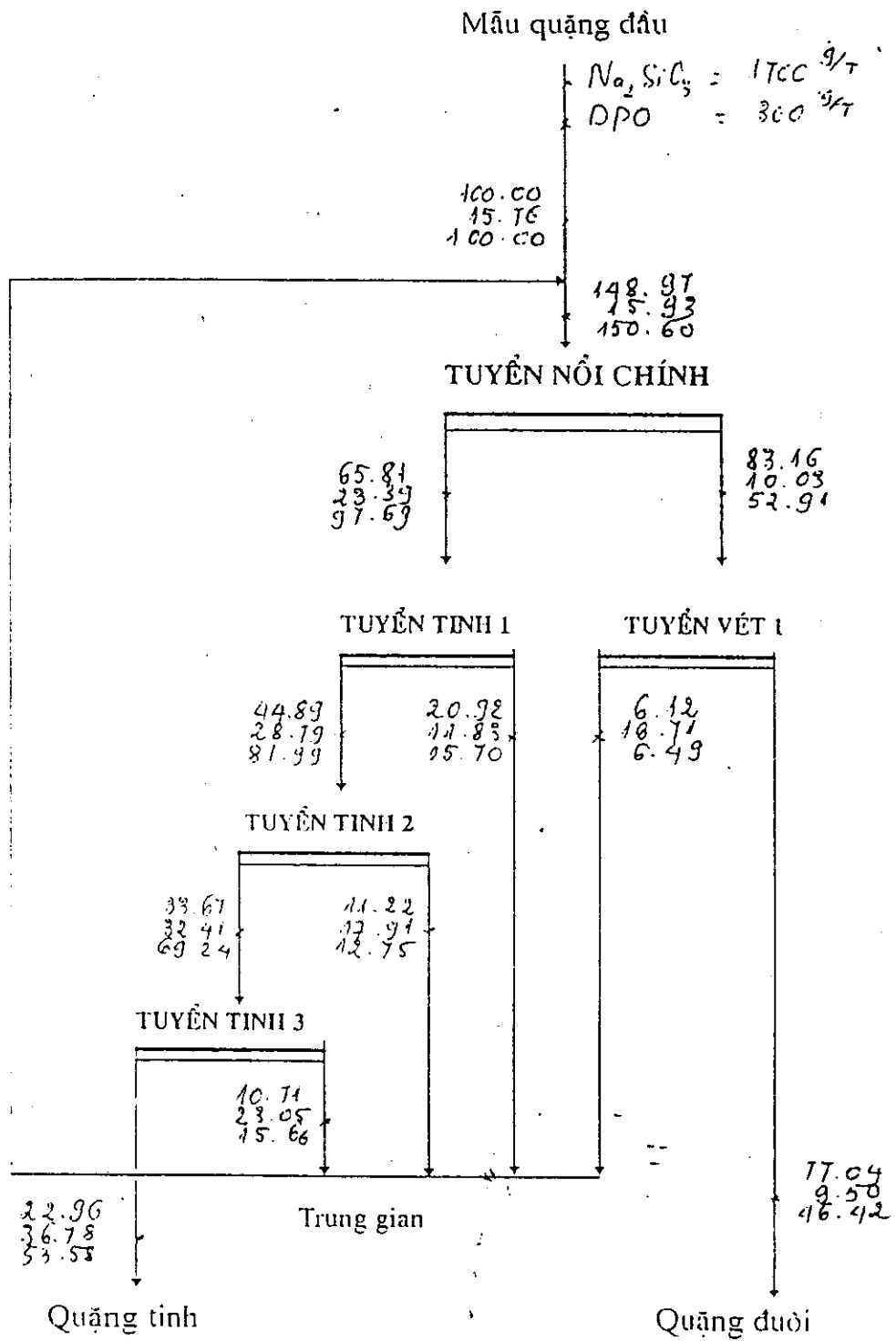
Hình 11: Sơ đồ định lượng thí nghiệm 60



Hình 12: Sơ đồ định lượng thí nghiệm 61



Hình 13: Sơ đồ định lượng thí nghiệm 64



Hình 14: Sơ đồ định lượng thí nghiệm 65

Những kết quả nhận được ở các thí nghiệm vòng kín được biểu diễn trên 2 bảng 4a và 4b.

Bảng 4a: Kết quả thí nghiệm tuyển vòng kín
(Sử dụng tỉ lệ DO/PO = 70/30)

Chi phí thuốc điều chỉnh môi trường (g/t)		Quặng tinh apatít			Đuôi thải P_2O_5 θ (%)	Chi phí thuốc tập hợp (g/t)
Na_2SiO_3	NaOH	$\beta(\%)P_2O_5$	$\epsilon(\%)$	E		
1700	0	33.70	83.67	181.57	4.12	400
1000	400	35.16	85.13	184.88	3.96	400
1700	0	33.96	87.30	187.17	3.40	420
1000	400	34.31	87.71	187.26	3.38	420
1700	0	34.12	88.64	189.11	2.95	450
1000	400	34.09	90.21	191.32	2.67	450
1700	0	35.01	71.85	158.10	6.65	370
1000	400	35.40	73.49	167.22	6.18	370
1700	0	36.98	69.68	156.15	6.94	350
1000	400	36.26	70.06	157.16	6.93	350
1700	0	36.78	53.58	125.05	9.50	300
1000	400	36.54	60.14	142.88	8.39	300

Ghi chú: E Hiệu quả tuyển nổi.

Bảng 4b: Kết quả thí nghiệm tuyển vồng kín
(Sử dụng tỉ lệ DO/PO = 60/40)

Chi phí thuốc điều chỉnh môi trường (g/t)		Quặng tinh apatít			Đuôi thải P_2O_5 θ (%)	Chi phí thuốc tập hợp (g/t)
Na_2SiO_3	NaOH	β (%) $\epsilon_{0.5}$	ϵ (%)	E		
1700	0	36.91	71.62	167.73	6.44	400
1000	400	36.72	73.51	169.98	6.17	400
1700	0	36.91	75.11	170.02	5.77	420
1000	400	35.14	77.35	172.58	5.46	420
1700	0	35.95	78.74	176.71	5.25	450
1000	400	36.03	81.78	186.61	4.49	450
1700	0	36.25	65.64	149.65	7.67	370
1000	400	36.58	67.46	157.07	7.20	370
1700	0	35.71	57.82	133.73	8.68	350
1000	400	35.87	62.01	141.67	8.19	350
1700	0	36.01	45.30	106.04	10.72	300
1000	400	36.24	56.47	123.88	9.39	300

Từ đây đã đi đến nhận định: Trong tất cả các phương án thí nghiệm thay đổi môi trường tuyển và thay đổi chi phí thuốc tập hợp cũng như tỉ lệ DO, PO chúng tôi đã chọn ra một trong số các phương án tối ưu đó là ở mức chi phí:

Thuỷ tinh lỏng = 1000 g/t nồng độ 1%

Xôda = (400- 500) g/t (hoặc xút = 300 g/t) nồng độ 1%

Thuốc tập hợp = 400 g/t nồng độ 0,5%

(Trong đó PO chiếm 30%)

Chế độ cấp thuốc tập hợp theo phương pháp phân đoạn.

Với điều kiện mức chi phí như vậy sẽ thu được kết quả:

Quặng tinh đạt hàm lượng 34- 35% P_2O_5 , thực thu 80- 85% và đuôi thải còn lại 4- 4,5% P_2O_5 .

Tuy nhiên trong điều kiện thí nghiệm ở môi trường tuyển như trên là tối ưu (tại mức chi phí thủy tinh lỏng và xòda như vậy sẽ đạt được độ PH trong bùn tuyển khoảng 8,5 đến 8,7), nếu ta tăng mức chi phí thuốc tập hợp lên 450 g/t thì kết quả thu được sẽ khả quan hơn, tỉ lệ thực thu sẽ cao hơn và đuôi thải sẽ xuống thấp hơn. ngược lại ở các chế độ chi phí thuốc thấp hơn giá trị 400 g/t kết quả sẽ giảm dần thể hiện ở chỗ thực thu giảm đi đồng thời với việc tăng hàm lượng quặng đuôi. Ngoài ra tỉ lệ tham gia của PO trong thành phần thuốc tập hợp cũng là một trong những yếu tố quyết định đến hiệu quả tuyển. Hàm lượng PO cao hoặc thấp quá cũng sẽ làm giảm thực thu quặng tinh và tăng hàm lượng quặng đuôi.

Bảng 5:

Chỉ tiêu tuyển hợp lý đối với thuốc tập hợp DPO- 93A2.

Chi phí thuốc tập hợp (g/t)	Tỉ lệ DO/PO	Chi phí thuốc điều chỉnh môi trường (g/t)		Quặng tinh apatít			Đuôi thải P_2O_5 θ (%)
		Na_2SiO_3	NaOH	β (%) P_2O_5	α (%)	E	
400	70/30	1000	400	35.16	85.13	184.88	3.96
400	70/30	1700	0	33.70	83.67	181.57	4.12

Nhóm chung thuốc tập hợp DPO₂ - 93A rất thích hợp với môi trường nước Lào cai dùng để tuyển quặng apatít loại III, với các chế độ chi phí thủy tinh lỏng trong khoảng 800- 1000 g/t, xòda từ 400- 500 g/t (hoặc xút = 300 g/t và thuốc tập hợp lân cận 400 g/t, các kết quả thu được đều rất khả quan, đáp ứng được các chỉ tiêu thiết kế của nhà máy tuyển.

III - KẾT LUẬN VÀ KIẾN NGHỊ.

Trên quy mô phòng thí nghiệm, thuốc tuyển DPO-93A sản xuất trên dây chuyền bán công nghiệp công suất 120 tấn /năm và từ nguồn nguyên liệu có sẵn trên thị trường đã có khả năng tuyển tốt quặng apatit loại III Lào cai. Với mức chi phí thủy tinh lỏng là 800-1000 g/t, soda là 400-500g/t, chi phí thuốc tuyển 400g/t (trong đó PO-93A chiếm từ 30-40%) đã đạt được mức thực thu quặng tinh là 80-85%, hàm lượng quặng tinh đạt 34-35% P_2O_5 còn hàm lượng đuôi thải là 4,5% P_2O_5 .

Tuy nhiên, đây mới chỉ là kết quả thu được trong phòng thí nghiệm. Để có thể đánh giá chất lượng và tính khả tuyển của thuốc tuyển một cách sát thực hơn dưới tác động của các yếu tố trong sản xuất ở quy mô công nghiệp, thuốc tuyển DPO-93A cần được tiến hành thử nghiệm tuyển trên dây chuyền pilot tại nhà máy tuyển quặng Apatit Lào cai.

**C-CÁC KẾT QUẢ THỬ NGHIỆM CÔNG NGHIỆP
THUỐC TUYẾN DPO-93A VÀ DPO-93
TẠI NHÀ MÁY TUYẾN QUẶNG
APATIT LÀO CAI**

**I- KẾT QUẢ TUYẾN CÔNG NGHIỆP
THUỐC TUYẾN DPO-93A
10/1999**

A-CHẾ ĐỘ CẤP THUỐC TUYẾN

Bảng 1

		<i>Chi phí</i>			
		<i>g/tấn quặng III.giờ</i>		<i>l/tấn quặng III.giờ</i>	
1	Thủy tinh lỏng	1000		3680	
2	Sôđa	500		2300	
3		<i>DO-93A</i>		<i>PO-93A</i>	
a	Tiếp xúc	196	1803	84	772
b	Tuyến chính	42	386	18	166
c	Tuyến vét l	42	386	18	166
	<i>Cộng</i>	<i>280</i>	<i>2575</i>	<i>120</i>	<i>1104</i>
	<i>Tỷ lệ</i>	<i>70%</i>		<i>30%</i>	

Pha thuốc DPO-93A 15g00 ngày 16/10/1999
Cấp thuốc DPO-93A 14g10' ngày 17/10/1999.

B-KẾT QUẢ TUYỂN

1- Với thuốc DPO-93A

Bảng 2

	DPO-93A	TTL	Sôda	M	N	Ghi chú
	<i>g/t.g</i>	<i>g/t.g</i>	<i>g/t.g</i>	<i>%P₂O₅</i>	<i>%P₂O₅</i>	
17/10						
Ca 3	397	978	350	32.10	7.40	
18/10				31.58	8.11	
Ca 1	397	978	238	31.18	8.00	20g ngừng Sôda
Ca 2	458	1490	200	30.06	7.81	
Ca 3	329	1560	190	33.51	8.52	
19/10				34.12	8.16	
Ca 1	370	1560	90	32.65	8.12	Tăng t.chính 57%
Ca 2	370	1670	0	34.11	8.46	
Ca 3	377	1606	0	35.61	7.92	
20/10				34.29	8.02	
Ca 1	366	1587	0	32.30	7.95	
Ca 2	355	1610	0	35.06	7.90	
Ca 3	315	1860	0	35.35	8.22	
21/10				34.39	8.20	
Ca 1	325	1318	0	33.32	8.09	
Ca 2	300	995	0	35.18	8.27	
Ca 3	252	721	0	34.69	8.25	
22/10				36.32	8.31	
Ca 1	300	845	165	35.13	7.71	45/55% 9g ngừng sôda
Ca 2	300	1500	750	36.13	8.24	
Ca 3	220	1230	160	37.71	8.98	
23/10						
Ca 1	307	1528	0	35.39	8.15	5%silicat
Ca 2						
Ca 3	266	1393	0	35.98	9.34	
24/10				35.79	9.10	
Ca 1	272	1304	0	35.56	9.41	50/50, DO chỉ cho ở thùng tiếp xúc
Ca 2	320	1496	0	35.87	8.50	
Ca 3	255	1596	0	35.96	9.39	
25/10				33.52	8.71	
Ca 1	304	1565	0	34.62	8.41	DO thêm ở Tvét
Ca 2	296	1695	0	32.83	8.73	
Ca 3	276	1318	0	33.12	8.99	
26/10				33.73	9.47	
Ca 1	232	1300	0	34.09	8.89	70/30%
Ca 2	320	1310	0	33.77	9.83	
Ca 3	299	1300	0	33.33	9.69	

	MD	TTL	Sôđa	M	N	Ghi chú
	g/t.g	g/t.g	g/t.g	%P ₂ O ₅	%P ₂ O ₅	
27/10				34.92	8.27	
Ca 1						
Ca 2	400	600	200	34.52	8.10	
Ca 3				35.32	8.44	
28/10				34.33	8.12	
Ca 1				34.13	8.68	
Ca 2				35.19	8.67	
Ca 3				33.69	7.01	
29/10				34.17	7.78	
Ca 1				34.10	7.97	
Ca 2				34.39	7.81	
Ca 3				34.03	7.58	

II- KẾT QUẢ TUYỂN CÔNG NGHIỆP THUỐC TUYỂN DPO-93

9/ 1996

Chế độ tuyển.

Năng suất quặng III vào tuyển: 73 - 89 tấn/giờ
 Chi phí thủy tinh lỏng: 1000- 1200 g/t.g
 Chi phí thuốc tuyển DPO-93: 380 - 400 g/t.g
 Tỷ lệ thuốc tuyển DO/PO: 60%/40%

Bảng 4

	M	N	Ghi chú
	%P ₂ O ₅	%P ₂ O ₅	
Ngày 21/09/96	33.58	7.00	Cấp thuốc MD
Ca 1	33.42	7.86	
Ca 2	33.72	5.39	
Ca 3	33.63	7.67	
Ngày 22/09	33.64	6.03	
Ca 1	33.49	8.06	
Ca 2	33.46	5.73	
Ca 3	33.96	4.33	
Ngày 23/09	29.62	4.59	
Ca 1	31.98	4.72	
Ca 2	28.87	5.40	
Ca 3	28.02	3.65	

	<i>M</i>	<i>N</i>	<i>Ghi chú</i>
	% P_2O_5	% P_2O_5	
Ngày 24/09	29.90	5.38	
Ca 1	27.78	3.79	
Ca 2	31.93	6.42	
Ca 3	30.06	5.93	
Ngày 25/09	29.02	5.58	
Ca 1	33.40	4.95	
Ca 2	29.47	6.17	
Ca 3	24.19	5.62	
Ngày 26/09	29.49	7.55	
Ca 1	29.07	5.87	Cấp DPO-93
Ca 2	28.01	7.25	
Ca 3	31.39	9.53	
Ngày 27/09	33.75	8.48	
Ca 1	33.24	7.99	
Ca 2	33.47	8.69	
Ca 3	34.53	8.77	
Ngày 28/09	33.14	7.60	
Ca 1	33.06	7.53	
Ca 2	34.08	7.46	
Ca 3	32.29	7.82	
Ngày 29/09	34.27	8.39	
Ca 1	35.47	7.99	
Ca 2	34.33	9.18	
Ca 3	33.02	8.01	
Ngày 30/09	32.85	8.40	
Ca 1	33.77	8.24	
Ca 2	32.52	7.95	
Ca 3	32.28	9.00	
Ngày 01/10			
Ca 1	33.28	9.00	

PHỤ LỤC

III- TỔNG HỢP CÁC KẾT QUẢ THỬ NGHIỆM CÔNG NGHIỆP:

1- Kết quả thử nghiệm thuốc tuyển năm 1996

	$M(\%P_2O_5)$	$N(\%P_2O_5)$
a- Thuốc tuyển DPO-93	33,42	8,37
b- Thuốc tuyển MD	30,87	6,02

2- Kết quả thử nghiệm thuốc tuyển năm 1999..

a- Thuốc tuyển DPO-93A	34,21	8,51
b- Thuốc tuyển MD	34,47	8,05

4- Nhận xét chung.

Qua đợt chạy thử công nghiệp tại nhà máy tuyển quặng Apatit Lào cai năm 1999, kết quả thực tế cho thấy thuốc tuyển DPO-93A, là thuốc tuyển được sản xuất từ nguyên liệu parafin có trên thị trường và trên dây chuyền sản công nghiệp công suất 120 tấn DPO-93A (100% hoạt chất)/năm, có chất lượng và tính khả tuyển như yêu cầu đã đề ra:

Hàm lượng quặng tinh:	$\geq$	32%
Hàm lượng quặng thải :	$\leq$	
Tỷ lệ thu hoạch:	$\geq$	28.57%
Tỷ lệ thực thu	$\geq$	59.67%

Tuy nhiên, do công nghệ tuyển tại nhà máy tuyển quặng Apatit Lào cai ngày càng được cải tiến theo chiều hướng đơn giản, thuận tiện hơn (cấp tăng sớt cho quặng III đầu vào, chế độ nghiền quặng linh hoạt hơn v.v...), thuốc tuyển ngoại nhập ngày càng được cải tiến (chất lượng tốt hơn, chế độ sử dụng đơn giản hơn...) nên khi sử dụng thuốc tuyển DPO-93A còn bộc lộ một số nhược điểm như bột dai, hàm lượng quặng đuôi còn cao và vì thế chưa đáp ứng được yêu cầu hiện tại của sản xuất (bột phải không dai, quặng đuôi thải $5\div 6\% P_2O_5$). Do đó, thuốc tuyển DPO-93A cần được tiếp tục cải tiến nhằm nâng cao chất lượng để đáp ứng những yêu cầu của sản xuất trong nền kinh tế thị trường hiện nay.

KẾT QUẢ PHÂN TÍCH SẮC KÝ MẪU PARAFIN LỎNG

Thành phần Hydro cacbon	Hàm lượng (%)			
	Parafin lỏng tách ra từ DO	M2 (Công ty LEACON)	M3 (Công ty XNKKS)	M4 (Công ty INTRACO)
$\leq C_{10}$	1,14	0,51	0,41	0,31
$C_{11} - C_{15}$	27,52	20,23	10,28	3,30
$C_{15} - C_{20}$	49,74	32,15	19,88	23,24
$C_{21} - C_{25}$	18,35	21,37	26,27	44,68
$C_{26} - C_{30}$	3,25	18,01	30,93	22,67
$> C_{30}$	-	7,73	12,23	5,79

KẾT QUẢ PHÂN TÍCH THÀNH PHẦN CHUNG CẤT CÁC MẪU PARAFIN LỎNG

Điểm sôi °C	Parafin từ DO	M1 C.ty LEACON	M2 C.ty LEACON	M3 C.ty XNKKS
Đầu	202	238	260	268
10%	240	258	305	306
20%	260	263	322	330
30%	274	268	335	349
40%	287	274	345	364
50%	300	281	355	373
60%	312	289	364	379
70%	325	297	373	382
80%	341	308	374	384
90%	361	326	383	397
96%	381	353	385	397

CỤC XĂNG DẦU
T.T.HÓA NGHIỆM

TRUNG TÂM HÓA NGHIỆM XĂNG DẦU
Phòng thí nghiệm được Tổng cục Tiêu chuẩn - Đo lường - Chất lượng
công nhận theo quyết định số 68/VPCNCL-QĐ Ngày 01/07/97 phù hợp
theo TCVN 5938-1995(ISO/IEC GUIDE 25) mang Số hiệu VILAS 001

PHIẾU KẾT QUẢ PHÂN TÍCH NHIÊN LIỆU

Tên mẫu, ký hiệu: Diegen M1 Quy cách: số 143X
Mẫu số: 1595 Ngày lấy mẫu:
Vật chứa: Paraffin fu Da (1998) Đơn vị gửi mẫu: Viện Hóa học công nghiệp

STT	HẠNG MỨC THÍ NGHIỆM	PHƯƠNG PHÁP THÍ NGHIỆM	KẾT QUẢ
1	Khối lượng riêng ở 15°C Kg/l	D 1298	0,8142
2	Nhiệt độ chớp lửa kín, °C	D 113	90
3	Độ nhớt động học ở 20°C	D 445	6,865
4	Thành phần chưng cất, °C - Điểm sôi dầu	D 86	20,2
	10%		240
	20		260
	30		274
	40		287
	50		300
	60		312
	70		325
5	80		341
6	90		361
7	96		381
8	Trị số iot (gI./100g)		
9	Hàm lượng nhựa thực tế, mg/100ml		
10	Tạp chất cơ học và nước, %		
11	Nhiệt độ bắt đầu kết tinh, °C		
12	Hàm lượng Lưu huỳnh, %		
13	Áp suất hơi bão hoà (mmHg)		

Ghi chú: - Kết quả này chỉ có giá trị cho mẫu thử.

- Không được phép sao chụp nếu Giám đốc trung tâm chưa đồng ý.

Ngày phân tích xong: 23/10/98 Ngày cấp phiếu: 27/10/98

Giám đốc trung tâm



VILAS 001

Thương tá
LÊ SỸ THUYỀN

TRUNG TÂM HÓA NGHIỆM XĂNG DẦU
ĐC: 54/5 Đường Sân bay - Khương mai - Thanh xuân - Hà Nội 93
ĐT: 8530877 - 069553917

PETROCONCEN
Add: 54/5 Sân bay Road Khương mai Thanh xuân Hà Nội
Tel: 8530877 - 069553917

CỤC XĂNG DẦU
T.T.HÓA NGHIỆM

TRUNG TÂM HÓA NGHIỆM XĂNG DẦU
Phòng thí nghiệm được Tổng cục Tiêu chuẩn - Đo lường - Chất lượng
công nhận theo quyết định số 68/VP-CNCL-QĐ Ngày 01/07/97 phù hợp
theo TCVN 5958-1995(ISO/IEC GUIDE 25) mang Số hiệu VILAS 001

PHIẾU KẾT QUẢ PHÂN TÍCH NHIÊN LIỆU

Tên mẫu, ký hiệu: Diegen M2
Mẫu số: 15.06
Vật chứa: Mẫu M2 (Parafin)

Quy cách:
Ngày lấy mẫu:
Đơn vị gửi mẫu: Văn phòng Công nghiệp

số 1438

STT	HẠNG MỤC THÍ NGHIỆM	PHƯƠNG PHÁP THÍ NGHIỆM	KẾT QUẢ
1	Khối lượng riêng ở 15°C.Kg/l	D 12 9 8	0,8302
2	Nhiệt độ chớp lửa 10°C, °C	D 9 3	141
3	Độ nhớt động học ở 20°C, cst	D 44 5	24,5
4	Thành phần chưng cất, °C - Điểm sôi dầu	D 8 6	260
	10%		305
	20		322
	30		335
	40		345
	50		355
	60		364
	70		373
5	80		374
6	90		383
7	96		385
8	Trị số iot (gI ₂ /100g)		
9	Hàm lượng nhựa thực tế, mg/100ml		
10	Tạp chất cơ học và nước, %		
11	Nhiệt độ bắt đầu kết tinh, °C		
12	Hàm lượng Lưu huỳnh, %		
13	Áp suất hơi bão hoà(mmHg)		

Ghi chú: - Kết quả này chỉ có giá trị cho mẫu thử.

- Không được phép sao chép nếu Giám đốc trung tâm chưa đồng ý

Ngày phân tích xong: 23/10/98 Ngày cấp phiếu: 27/10/98

Giám đốc trung tâm



VILAS 001

Thương tá
LÊ SỸ THUYỀN

TRUNG TÂM HÓA NGHIỆM XĂNG DẦU
ĐC: 54/5 Đường Sân bay-Khuong mai -Thanh xuân- Hà Nội
ĐT: 3530872 - 069552817 Fax: 3479067

PETROCONCEN

Add: 54/5 Sân bay Road Khuong mai Thanh xuân Hà Nội
Tel: 3530872 - 069552817 Fax: 3479067

Parafin tu DO năm 1995

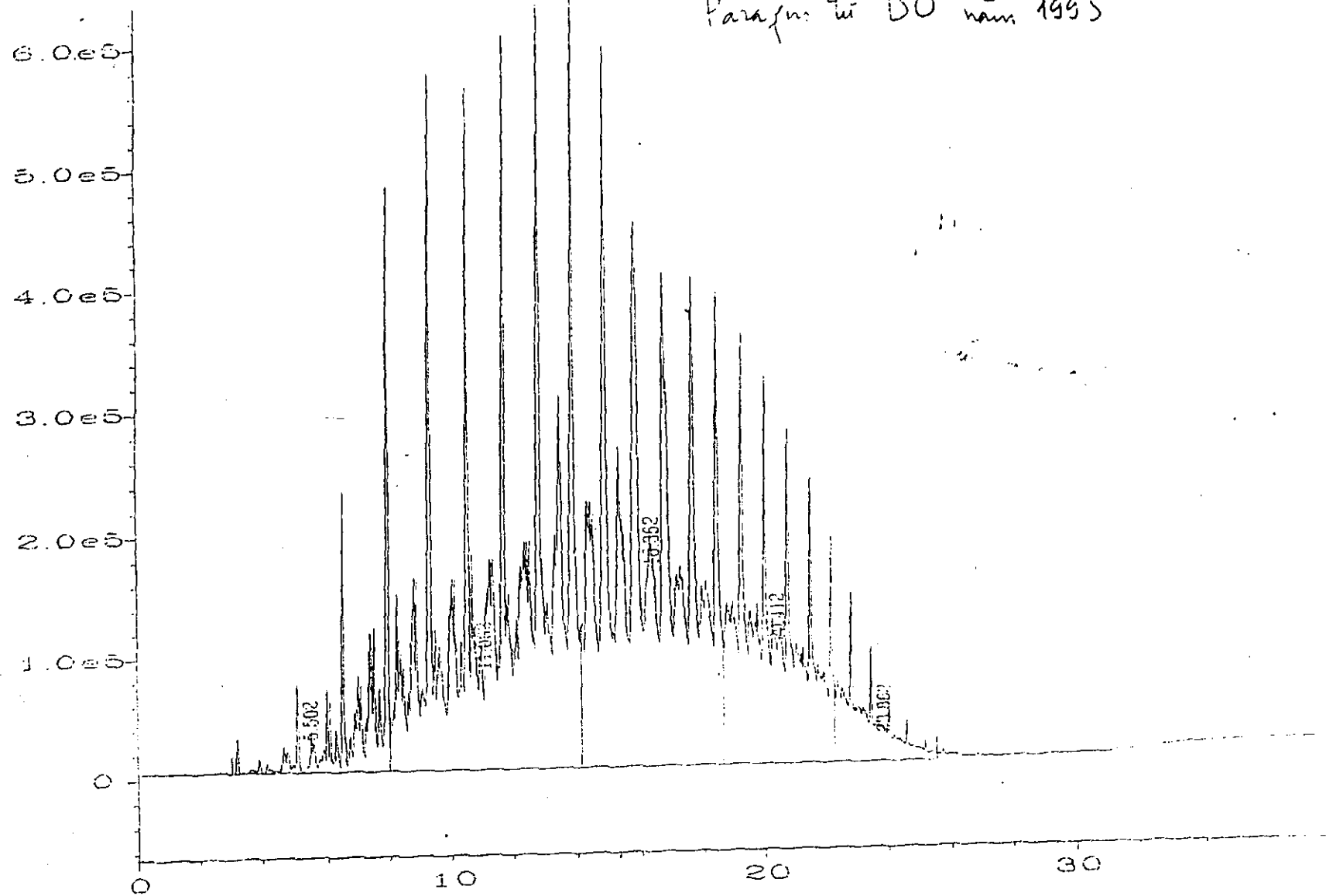
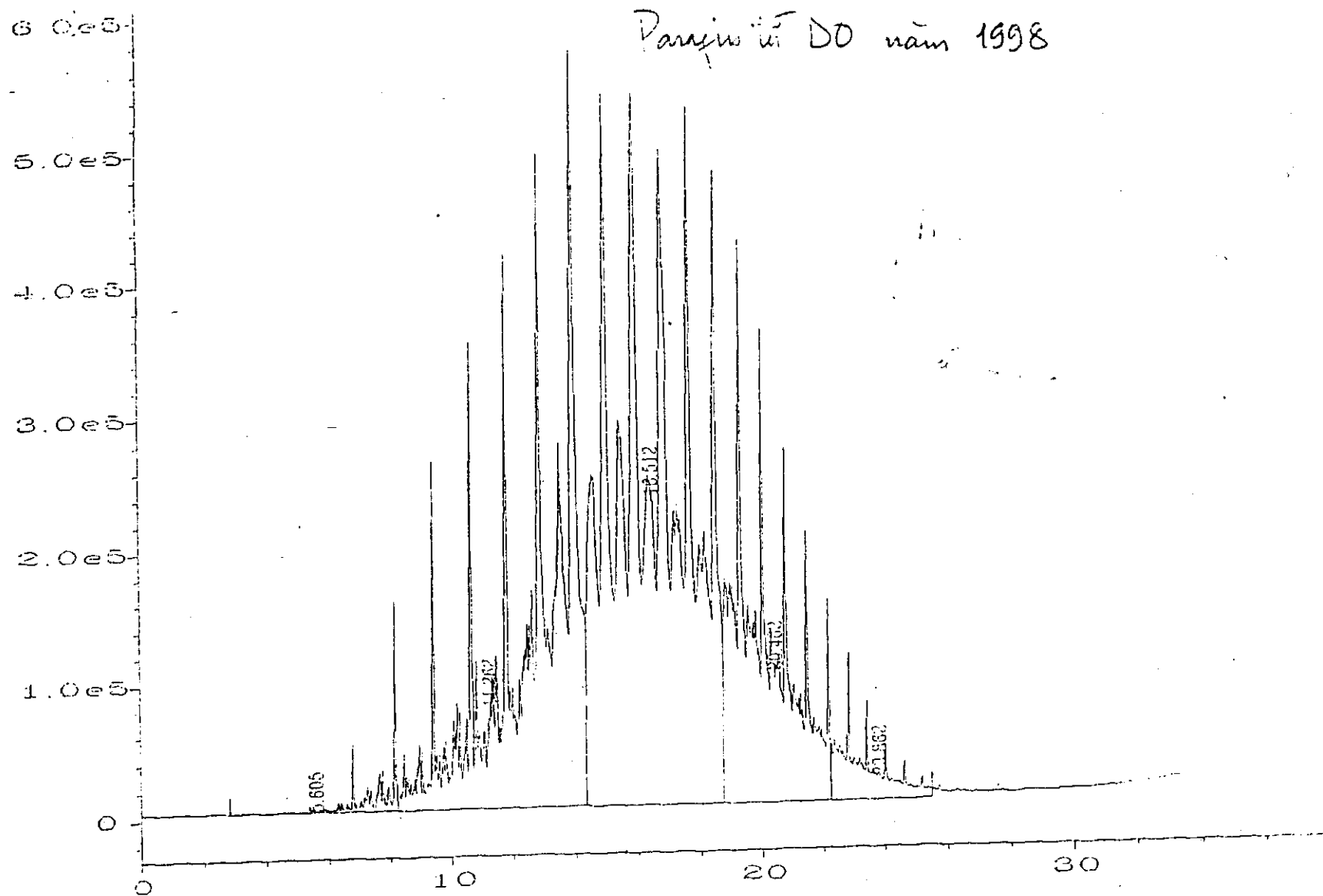
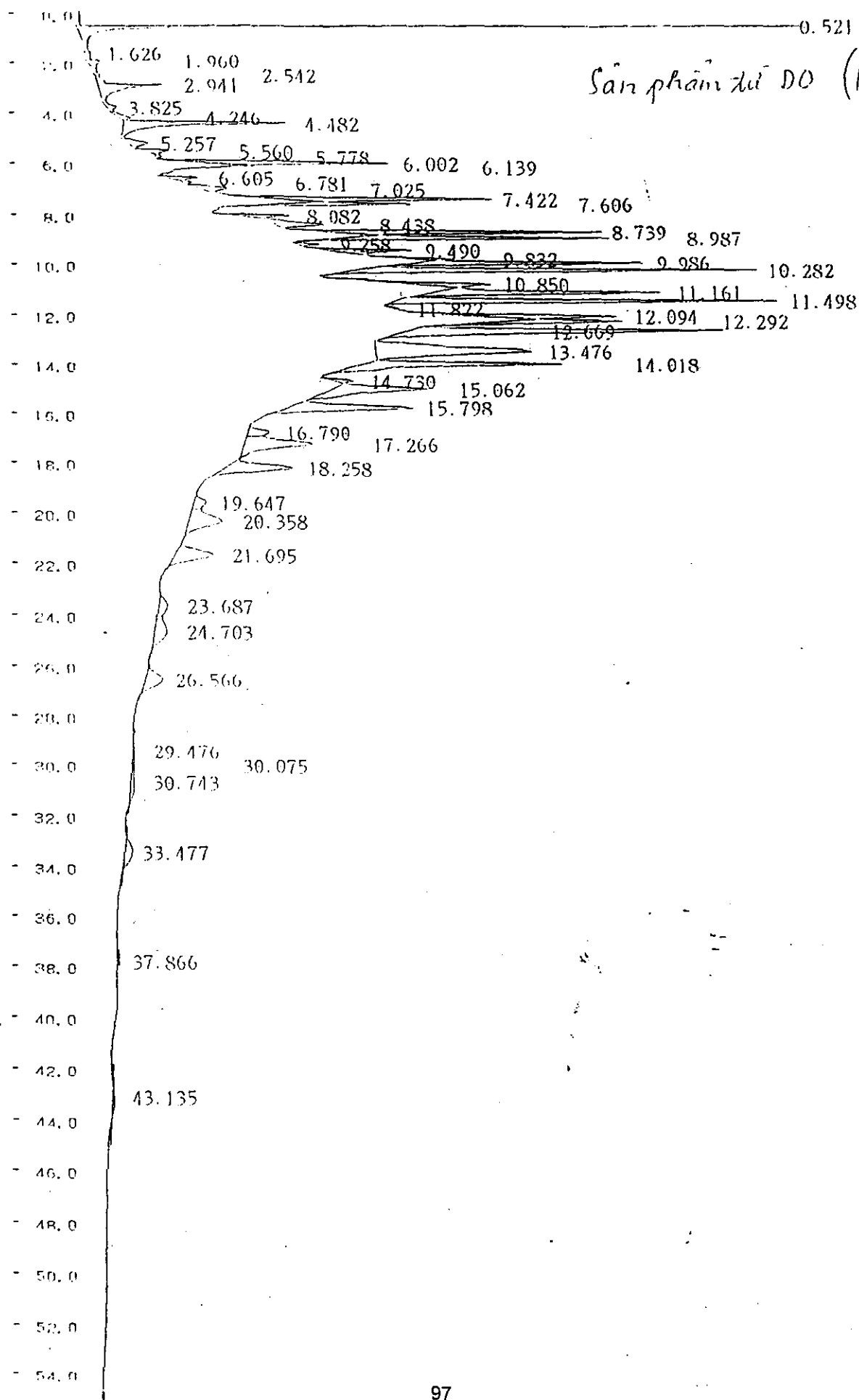
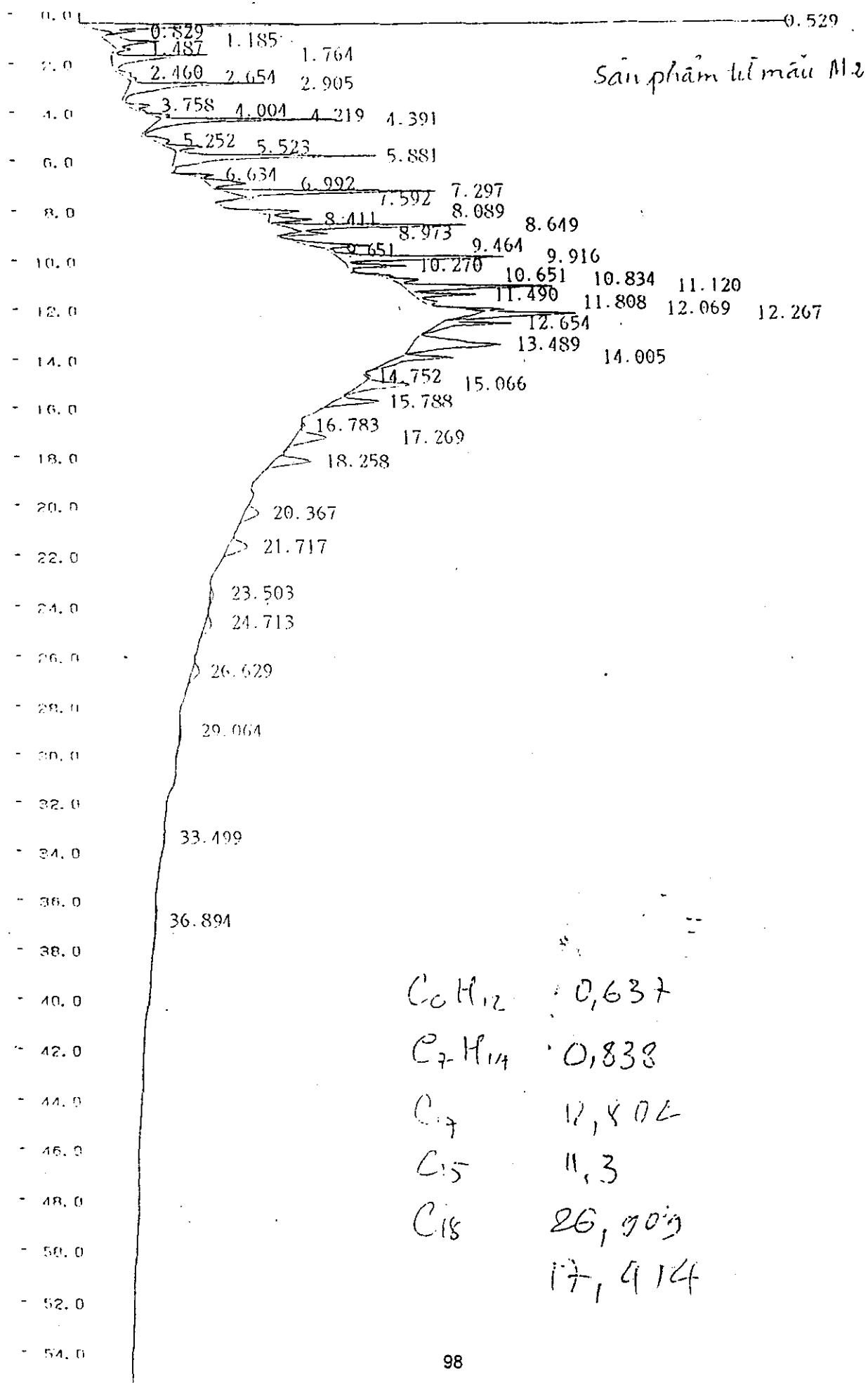


Fig. 1 in C:\GCCHEM\1\DATA\PARAFIN\MAU21.D



Sig. 1 in C:\GC\CHEM\1\DATA\PARAFIN\MAU11.D





PHỤ LỤC 2

ĐỀ TÀI
NGHIÊN CỨU CHẾ TẠO THUỐC TẬP HỢP HỮU CƠ DẠNG DPO - 93
ĐỂ TUYỂN NỔI QUẶNG APATIT LOẠI III LÀO CÁI TỪ NGUYÊN LIỆU
PARAPHIN LỎNG THAY THẾ CHO NGUYÊN LIỆU PARAFIN
TÁCH RA TỪ DẦU DIEZEN

Chủ nhiệm đề tài : **KS. Bùi Đăng Học**

Cán bộ tham gia : PGS.TS Vũ Thế Trí
KS. Hà Văn Vợi
KS. Nguyễn Hoài Vân
KS. Lê Thị Hoa
KS. Nguyễn Công Thành
KS. Phùng Đức Độ
KS. Nguyễn Thị Minh
KS. Đào Văn Mạnh

Thời gian bắt đầu : 3/1998

Kết thúc : 3/1999

Kinh phí nghiên cứu : 55 tr.đ

Kết quả nghiệm thu :

- + Cấp cơ sở : Xuất sắc
- + Cấp TCT : Khá

I. ĐẶT VẤN ĐỀ:

Từ năm 1990 - 1995 đề tài cấp Nhà nước mã số KC 06-01. Viện Hoá học công nghiệp đã tiến hành nghiên cứu chế tạo thuốc tập hợp hữu cơ để tuyển quặng Apatit loại III Lào cai trên cơ sở các phản ứng oxy hoá Parafin lỏng.

Tại thời điểm ban đầu Viện HHCN đã tiến hành nghiên cứu chế tạo thuốc tập hợp DPO từ các phân đoạn Parafin lỏng có nhiệt độ sôi từ $275^{\circ}\text{C} \div 350^{\circ}\text{C}$ và $350^{\circ}\text{C} \div 450^{\circ}\text{C}$ của mỏ dầu Bạch Hổ Việt Nam do Công ty Sài Gòn Petro cung cấp. Các kết quả thu được rất khả quan. Cuối năm 1991, xưởng lọc dầu của Công ty Sài Gòn Petro ngừng sản xuất, do không có Parafin lỏng thích hợp trên thị trường nên việc nghiên cứu phải tiến hành với Parafin lỏng tách ra từ dầu diezen (dầu DO).

Thuốc tập hợp DPO-93 do Viện HHCN chế tạo đã được thí nghiệm tuyển quặng apatit loại III Lào cai ở quy mô bán công nghiệp và ở dây chuyền tuyển công nghiệp của Nhà máy tuyển quặng apatit Lào cai Việt nam đều cho kết quả tốt. Chất lượng tương đương với các sản phẩm nhập ngoại. Đề tài đã được nghiệm thu.

Tuy nhiên việc áp dụng vào sản xuất thuốc tập hợp DPO-93 ở quy mô bán công nghiệp gặp phải trở ngại lớn về môi trường do chất thải độc hại ở giai đoạn Sunfonic hoá dầu DO để tách parafin lỏng mà hiện nay đang gặp khó khăn trong việc xử lý vì lượng thải rất lớn (5,5 tấn/1 tấn sản phẩm). Từ năm 1996 một số Công ty nước ngoài (Nga, Trung Quốc, Singapo...) chào bán parafin lỏng trên thị trường Việt Nam, một số loại parafin lỏng đó có thành phần gần giống với parafin lỏng tách ra từ dầu DO. Viện HHCN đã nghiên cứu thăm dò quá trình oxy hoá trực tiếp các phân đoạn parafin này để chế tạo DPO-93. Nếu áp dụng thành công việc sản xuất thuốc tập hợp DPO-93 từ parafin lỏng thì sẽ giải quyết triệt để được vấn đề vệ sinh môi trường, giảm được công đoạn sunfonic hoá tách parafin lỏng và công đoạn xử lý cặn gudron axit (thải ra từ công đoạn sunfonic hoá). Các nghiên cứu thăm dò trên parafin lỏng cho kết quả khả quan. Trên cơ sở đó Viện HHCN đã được Tổng Công ty Hoá chất Việt Nam phê duyệt đề tài: "Nghiên cứu chế tạo thuốc tuyển DPO-93 trực tiếp từ nguyên liệu parafin lỏng thay thế nguyên liệu dầu DO" để phục vụ trước mắt cho dự án P sản xuất thử và xây dựng công nghệ sản xuất thuốc tập hợp hữu cơ từng bước thay thế thuốc

nhập ngoại phục vụ cho nhu cầu sản xuất của nhà máy tuyển quặng apatit Việt Nam.

II. MỤC TIÊU VÀ NỘI DUNG ĐỀ TÀI

1. Mục tiêu:

- Nghiên cứu đưa ra được quy trình công nghệ sản xuất thuốc tập hợp hữu cơ dạng DPO-93 bằng phương pháp oxy hoá trực tiếp parafin lỏng có sẵn trên thị trường.

2. Nội dung của đề tài:

- Khảo sát các nguồn nguyên liệu chào hàng tại Việt Nam, phân tích thành phần, lựa chọn phân đoạn Parafin lỏng thích hợp của các Công ty có khả năng cung cấp nguyên liệu ổn định, lâu dài cho việc triển khai chế tạo thuốc tập hợp dạng DPO-93 ở quy mô công nghiệp.

- Nghiên cứu, điều chỉnh các thông số kỹ thuật, công nghệ phản ứng oxy hoá parafin lỏng. Chế tạo ra thuốc tập hợp (trong phòng thí nghiệm) có các tính năng tương đương với DPO-93 (từ dầu DO).

- Đưa ra được quy trình công nghệ có khả năng áp dụng vào thực tế sản xuất trong nước.

- Nghiên cứu thí nghiệm, đánh giá khả năng tuyển nổi của thuốc tập hợp chế tạo từ parafin lỏng trên quặng apatit loại III Lào cai trong phòng thí nghiệm, so sánh với thuốc tập hợp đã chế tạo từ dầu DO.

III. GIỚI THIỆU SẢN PHẨM DPO-93

Thuốc tập hợp hữu cơ để tuyển nổi quặng apatit loại III Lào cai - tên gọi DPO-93 của Viện HHCN gồm 2 thành phần chính là DO-93 và PO-93 được phối trộn với nhau theo tỉ lệ DO/PO $\approx$ 60/40% trọng lượng.

a. DO-93: Là chế phẩm của hỗn hợp các axit và sản phẩm hữu cơ chứa oxy khác tách ra trong quá trình oxy hoá phân đoạn parafin lỏng thích hợp được trung hoà và phối chế với các phụ gia.

DO-93 có các chỉ tiêu thương phẩm như sau:

- Dạng lỏng màu nâu sẫm
- Hàm lượng chất hữu cơ % 42 ± 50
- Chỉ số axit phân hữu cơ mg KOH/g 100 ± 125

DO-93 được điều chế theo quy trình công nghệ gồm các công đoạn chính sau:

- Tạo nguyên liệu parafin lỏng bằng cách sunfonic hoá dầu DO
- Oxy hoá parafin lỏng thành hỗn hợp oxydat
- Trung hoà hỗn hợp oxydat, tách sản phẩm, phối chế phụ gia và điều chỉnh thành thương phẩm.
- Xử lý chất thải.

b. PO-93: Là chế phẩm của quá trình xà phòng hoá dầu thực vật được phối trộn thêm phụ gia để tăng cường tính chọn lọc, PO-93 có các chỉ tiêu thương phẩm sau:

- Dạng sản phẩm : Đặc, màu vàng sáng
- Hàm lượng hoạt chất % 100
- Chỉ số Iod > 90
- Chỉ số axit mg KOH/g > 180

PO-93 được điều chế theo quy trình công nghệ gồm các công đoạn chính sau:

- Xà phòng hoá dầu thực vật
- Phối chế phụ gia và điều chỉnh thành thương phẩm

Trong triển khai sản xuất thuốc tẩy DPO-93 ở quy mô công nghiệp. Khó khăn lớn nhất là phải xử lý lượng chất thải rất lớn ở giai đoạn sunfonic hoá dầu DO để tạo ra nguyên liệu parafin lỏng trong sản xuất chế phẩm DO-93.

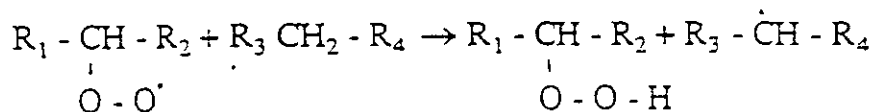
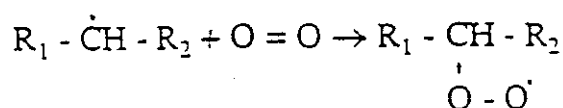
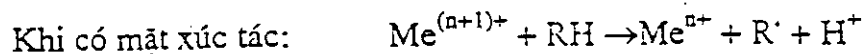
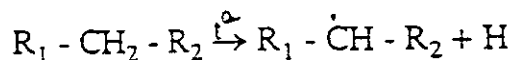
Để tài tập trung nghiên cứu và chế tạo sản phẩm DO-93 trực tiếp từ các phân đoạn parafin lỏng thích hợp (tương đương với parafin lỏng tách ra từ dầu DO) nhằm mục đích cắt bớt đi được công đoạn sunfonic hoá và công đoạn xử lý cặn gudron axit.

IV. KẾT QUẢ NGHIÊN CỨU:

1. Cơ chế hoá học của quá trình oxy hoá các parafin để tạo ra axit béo và các hợp chất chứa oxy khác phục vụ cho mục đích tuyển nổi.

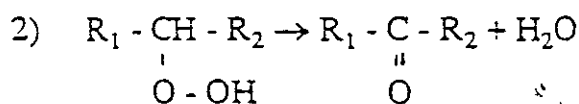
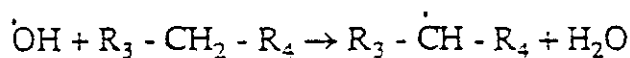
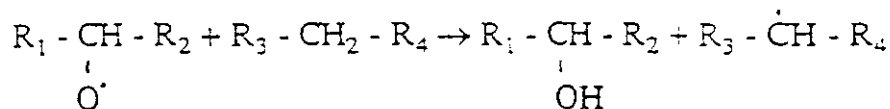
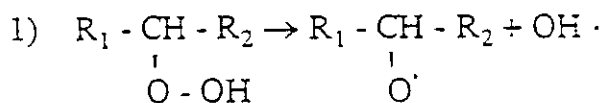
Theo các tài liệu phản ứng oxy hoá Paraphin bằng oxi không khí có thể xảy ra theo cơ chế peoxit gốc dây chuyền.

a. Giai đoạn 1:



b. Giai đoạn 2:

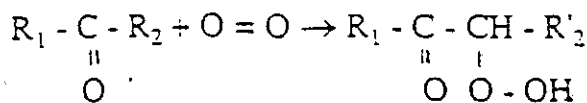
Ở giai đoạn 2 các phản ứng có khả năng xảy ra theo hướng sau:



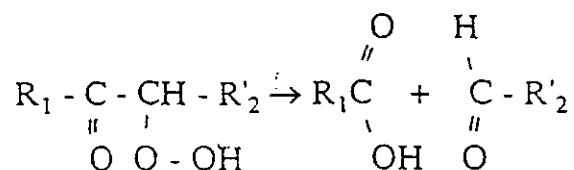
Trong các giai đoạn này phụ thuộc vào điều kiện phản ứng mà hình thành các sản phẩm trung gian: xeton, ancol bậc 2 theo các tỷ lệ khác nhau.

c. Giai đoạn 3:

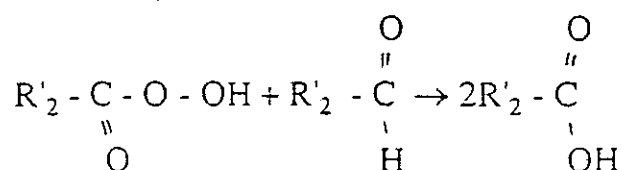
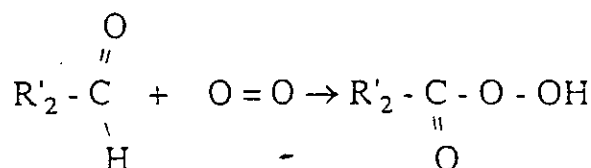
Nhiều tác giả cho rằng các xeton được tạo ra từ peoxit bị oxy hoá trực tiếp thành α -hydroxi peoxit.



Tiếp theo peoxit này sẽ bị phân huỷ thành axit cacboxylic và andehyt:



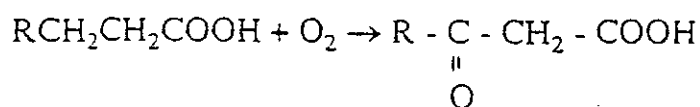
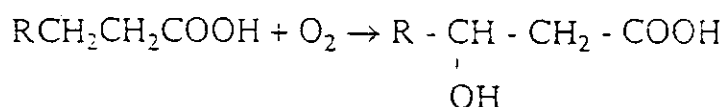
Andehyt tiếp tục bị oxi hoá thành axit



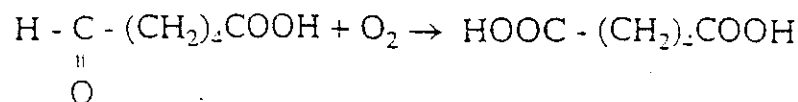
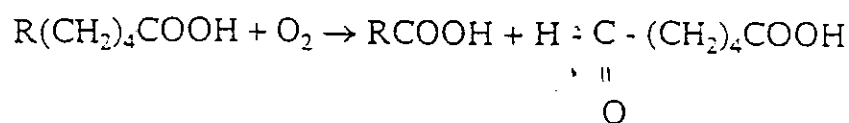
Các ancol bậc 2 cũng bị oxi hoá tiếp tục thành xeton rồi chuyển sang axit béo, như vậy số nguyên tử cacbon trong phân tử axit béo được tạo thành luôn luôn ít hơn số nguyên tử cacbon của paraffin tham gia phản ứng.

Những hợp chất phụ khác:

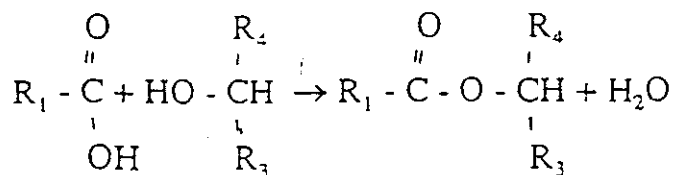
Các axit béo có số nguyên tử cacbon > 20 dễ bị oxi hoá trực tiếp thành các hợp chất đa chức.



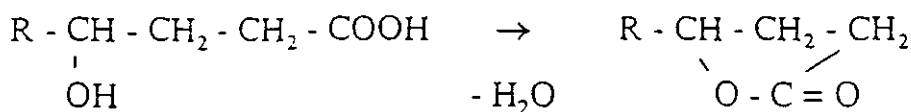
Sau đó bị cắt mạch tạo thành axit dicarboxylic



Có thể tạo thành este



hoặc tạo ra các este nội phân (lacton)

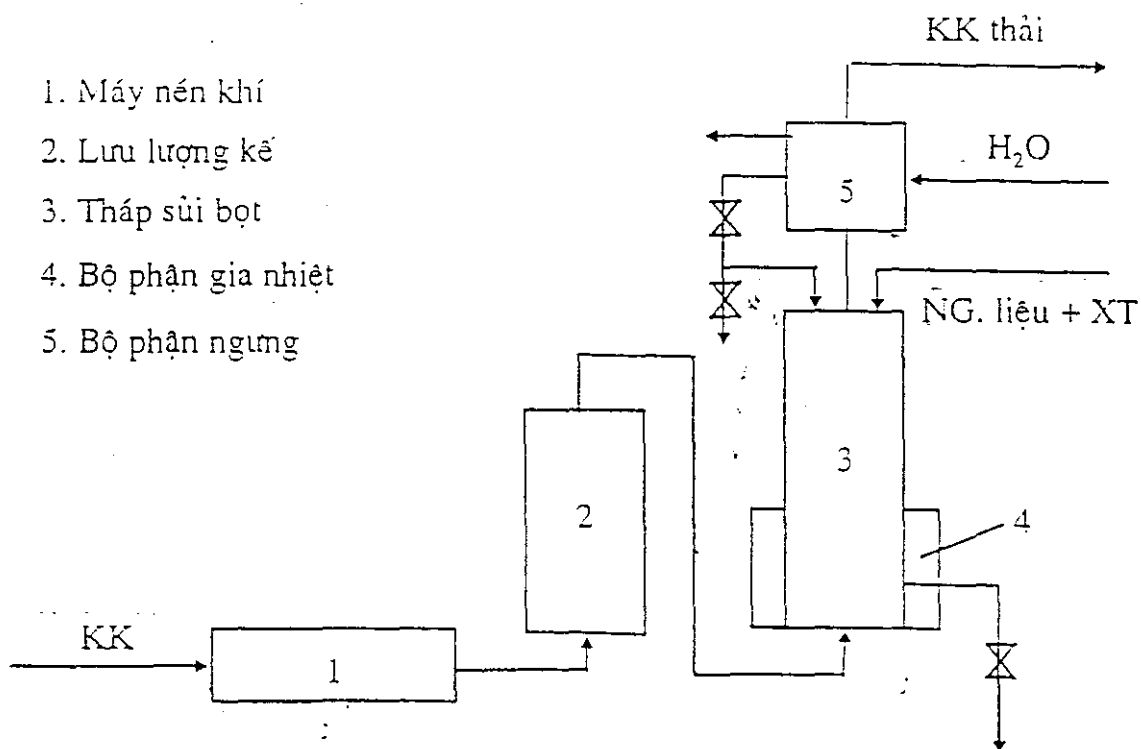


Sự tạo thành các este nội phân xảy ra nhiều khi phản ứng oxi hoá thực hiện ở nhiệt độ cao và thời gian oxi hoá bị kéo dài. Các lacton sau khi kiềm hoá lại bị phá huỷ thành các hydroxy axit. Các izo - hidrocarbon dễ tạo thành các hợp chất đa chức.

Tóm lại phản ứng oxi hoá paraffin là quá trình rất phức tạp đòi hỏi nghiên cứu kỹ lưỡng về điều kiện phản ứng (nhiệt độ, thời gian, tỉ lệ xúc tác, thành phần hidrocarbon...), cấu tạo tháp phản ứng thì mới đạt được sản phẩm mong muốn.

2. Sơ đồ thí nghiệm

Các thí nghiệm oxi hoá trong phòng thí nghiệm được thực hiện trên hệ thống oxi hoá thuỷ tinh cỡ 100 - 150 g/l mẻ.



Sơ đồ hệ thống thiết bị oxi hoá phòng thí nghiệm

Tháp oxy hoá làm việc theo nguyên tắc sủi bọt. Tháp có đường kính $\Phi = 20\text{mm}$, chiều cao $h = 800\text{mm}$. Để ngưng tụ các hợp chất dễ bay hơi và nước phản ứng. Phía trên tháp nối với sinh hàn hồi lưu và bộ phận tách nước, các hợp chất dễ bay hơi được ngưng tụ và quay lại tháp phản ứng. nước do phản ứng sinh ra được tách ra ngoài qua bộ phận tách nước..

Nhiệt độ phản ứng được điều khiển tự động bằng rơ le nhiệt với độ chính xác $\pm 1^{\circ}\text{C}$. Không khí đưa vào nhờ máy nén khí, làm sạch khỏi tạp chất cơ học, qua lưu lượng kế và bộ phận đun nóng không khí và sục vào phía dưới của tháp oxy hoá. Parafin lỏng được trộn với xúc tác ở nhiệt độ $100 \div 130^{\circ}\text{C}$ rồi đưa vào phía trên của tháp phản ứng. Các mẫu phân tích và sản phẩm được lấy ra qua van dưới đáy tháp.

3. Phân tích lựa chọn parafin lỏng thích hợp cho phản ứng oxy hoá chế tạo thuốc tập hợp dạng DO-93

Qua khảo sát thăm dò thị trường, Viện HHCN đã nhận được rất nhiều bản chào hàng và mẫu parafin lỏng của các Công ty kinh doanh hoá chất trên thị trường. Từ các nghiên cứu thăm dò phân tích xác định thành phần phân đoạn hydro cacbon trong các mẫu parafin lỏng chào hàng, so sánh với thành phần phân đoạn hydro cacbon trong parafin lỏng tách ra từ dầu DO đã xác định 4 mẫu nguyên liệu parafin lỏng có thành phần phân đoạn hydro cacbon tương tự với parafin lỏng tách ra từ dầu DO. Có khả năng sử dụng để chế tạo thuốc tuyển đó là các mẫu: M1, M2 của Công ty LEACON (nhập từ Trung Quốc), M3 của Công ty XNK Khoáng sản (nhập từ Đài Loan), M4 của Công ty INTRACO (Nhập từ Singapo).

KẾT QUẢ PHÂN TÍCH SẮC KÝ MẪU PARAFIN LỎNG

Thành phần Hydro cacbon	Hàm lượng (%)			
	Parafin lỏng tách ra từ DO	M2 (Công ty LEACON)	M3 (Công ty XNKKS)	M4 (Công ty INTRACO)
$\leq C_{12}$	1,14	0,51	0,41	0,31
$C_{11} - C_{15}$	27,52	20,23	10,28	3,30
$C_{15} - C_{20}$	49,74	32,15	19,88	23,24
$C_{21} - C_{25}$	18,35	21,37	26,27	44,68
$C_{26} - C_{30}$	3,25	18,01	30,93	22,67
$> C_{30}$	-	7,73	12,23	5,79

KẾT QUẢ PHÂN TÍCH THÀNH PHẦN CHUNG CẤT CÁC MẪU PARAFIN LỎNG

Điểm sôi °C	Parafin từ DO	M1 Công ty LEACON	M2 Công ty LEACON	M3 Công ty XNKKS
Đầu	202	238	260	268
10%	240	258	305	306
20%	260	263	322	330
30%	274	268	335	349
40%	287	274	345	364
50%	300	281	355	373
60%	312	289	364	379
70%	325	297	373	382
80%	341	308	374	384
90%	361	326	383	397
96%	381	353	385	397

Kết quả oxy hoá trực tiếp các mẫu parafin lỏng:

Chế độ phản ứng: Lượng parafin lỏng:	100g
Vận tốc sục khí:	100 l/h
Xúc tác:	0,1%
Nhiệt độ phản ứng:	150 ⁰ C
Thời gian phản ứng:	5giờ

	Mo (parafin lỏng tách ra từ DO)	M1	M2	M3	M4
Chỉ số axit mg KOH/g	42	60	50	47	51

Nghiên cứu sơ bộ thí nghiệm oxy hoá trực tiếp các mẫu parafin lỏng cho thấy các mẫu M1, M2, M3, M4 đều có thể tham gia phản ứng oxy hoá với các thông số công nghệ nhiệt độ, xúc tác, thời gian, vận tốc sục không khí tương tự như trong quá trình oxy hoá parafin lỏng tách ra từ dầu DO.

- So sánh thành phần hydro cacbon trong 4 mẫu M1, M2, M3, M4 thì mẫu M2 có thành phần hydro cacbon gần giống hơn cả với thành phần hydro cacbon trong parafin lỏng tách ra từ dầu DO.

- Phân tích các chỉ tiêu thuốc tập hợp được tạo ra từ 4 mẫu parafin lỏng cũng cho thấy thuốc tập hợp từ mẫu M2 có các chỉ tiêu tương tự như sản phẩm DO-93 (từ dầu DO).

Từ đánh giá các kết quả phân tích và nghiên cứu sơ bộ trên chúng tôi lựa chọn làm đối tượng nghiên cứu sâu trên mẫu M2 là mẫu parafin lỏng có khả năng nhất tạo ra được thuốc tuyển dạng DO-93 có các tính năng về độ tập hợp độ lựa chọn tương đương với sản phẩm DO-93, có hiệu suất thu nhận sản phẩm cao.

Kết quả phân tích các tính chất cơ bản của mẫu M2

TT	Hạng mục	Phương pháp phân tích ASTM	Kết quả
1	Khối lượng riêng 15°C	D1298	0,8302
2	Nhiệt độ chớp lửa cốc kín °C	D93	141
3	Độ nhớt động học ở 20°C, SCt	D445	22,5
4	Thành phần chưng cất	D86	
	Điểm sôi đầu °C		260
	Điểm sôi 50%		355
	Điểm sôi 90%		383
	Điểm sôi 96%		385
5	Hàm lượng tạp chất cơ học	D2709	không có
6	Hàm lượng nước		không có
7	Hàm lượng axit, kiềm tan trong nước		không có
8	Hàm lượng hydro cacbon thơm		Vết

4. Kết quả nghiên cứu oxy hoá trực tiếp parafin lỏng mẫu M2

Sử dụng hệ thống thiết bị oxy hoá bằng thủy tinh như đã mô tả ở III-2 là hệ thống trước kia đã dùng để nghiên cứu công nghệ oxy hoá parafin lỏng tách ra từ dầu DO để chế tạo sản phẩm DO-93. Chúng tôi đã khảo sát các thông số cơ bản ảnh hưởng đến quá trình phản ứng: Nhiệt độ phản ứng, thời gian phản ứng, xúc tác, vận tốc sục khí. Bảng 1,2,3,4.

Bảng 1: ẢNH HƯỞNG CỦA NHIỆT ĐỘ ĐẾN QUÁ TRÌNH PHẢN ỨNG

Chế độ phản ứng: $V_{kk} : 100 \text{ l/h}$

Xúc tác: 0,1%

$T_{\text{phản ứng}} : 5\text{h}$

Lượng parafin: 100g

Nhiệt độ °C	CSA mg KOH/g	CSX mg KOH/g	CSE mg KOH/g
110	5,90	71,9	65,50
120	6,96	95,3	88,34
130	42,20	128,3	92,10
140	44,50	138,4	93,90
150	47,30	146,5	99,20

**Bảng 2: ẢNH HƯỞNG CỦA NỒNG ĐỘ XÚC TÁC LÊN
QUÁ TRÌNH PHẢN ỨNG OXY HOÁ**

Chế độ phản ứng: Lượng parafin : 100g V_{kk} : 100 l/h

Nhiệt độ p. ứng: 140°C $T_{phản ứng}$: 5h

Hàm lượng xúc tác trên nguyên liệu %	CSA mg KOH/g	CSX mg KOH/g	CSE mg KOH/g
0,05	4,2	25,4	21,2
0,1	44,5	138,4	93,9
0,2	30,7	107,1	76,4

Bảng 3: ẢNH HƯỞNG TỐC ĐỘ SỤC KHÍ LÊN QUÁ TRÌNH PHẢN ỨNG

Chế độ phản ứng: Lượng parafin: 100g Nồng độ xúc tác: 0,1%

Nhiệt độ p. ứng: 140°C $T_{phản ứng}$: 5h

V_{kk} l/h	CSA mg KOH/g	CSX mg KOH/g	CSE mg KOH/g
80	24,3	118,1	93,8
100	44,5	138,4	93,9
120	45,2	142,3	97,1
150	45,9	145,8	99,9

Bảng 4: ẢNH HƯỞNG CỦA THỜI GIAN LÊN QUÁ TRÌNH PHẢN ỨNG

Chế độ phản ứng: Lượng parafin: 100g Nồng độ xúc tác: 0,1%

Nhiệt độ p. ứng: 140°C V_{kk} : 100 l/h

Thời gian phản ứng giờ	CSA mg KOH/g	CSX mg KOH/g	CSE mg KOH/g
3	18,2	64,3	46,1
4	32,3	112,1	79,8
5	44,5	138,4	93,9
6	45,2	160,6	115,4

Nhân xét:

Các kết quả thí nghiệm cho thấy quá trình oxy hoá parafin lỏng mẫu M2 bằng oxy của không khí có các thông số công nghệ tương tự như quá trình oxy hoá parafin lỏng tách ra từ dầu DO. Riêng thời gian phản ứng giảm còn 4 - 5 giờ (so với 6 - 8 giờ). Nếu kéo dài thời gian phản ứng và thực hiện phản ứng ở nhiệt độ cao thì sẽ thu được sản phẩm oxydat có chỉ số axit cao nhưng đồng thời kéo theo chỉ số este cao, tạo nên nhiều axit hữu cơ mạch ngắn, tăng lượng axit hydroxy cacboxilic (các axit hydroxy cacboxilic gây ảnh hưởng lớn đến tính chất bột và tính tập hợp yếu), làm giảm hiệu suất của sản phẩm chính, gây phức tạp cho quá trình tách sản phẩm.

Trên cơ sở các kết quả nghiên cứu trên, kết hợp với các thông số công nghệ tối ưu trong quá trình oxy hoá parafin lỏng tách ra từ dầu DO. Chúng tôi đã tiến hành nghiên cứu xác lập các thông số công nghệ tối ưu quá trình oxy hoá parafin lỏng mẫu M2, có dầu thu hồi để có thể áp dụng vào thực tế sản xuất ở quy mô công nghiệp, sản phẩm tạo ra có hoạt tính tuyển nổi tương đương, hoặc hơn của sản phẩm DO-93.

Các thông số kỹ thuật công nghệ thích hợp chế tạo DO-93A

Từ các thí nghiệm oxy hoá parafin lỏng M2 có dầu thu hồi chúng tôi đã xác lập được các thông số thích hợp của quá trình oxy hoá để tạo ra thuốc tập hợp DO-93A có hoạt tính tuyển nổi cao nhất.

- Nhiệt độ phản ứng: Ban đầu 150°C
Sau 2 giờ giảm nhiệt độ xuống 140°C
- Vận tốc không khí: 100 l/h
- Xúc tác: 0,1 %
- Tỷ lệ parafin lỏng/parafin thu hồi = $1 \div 1,25$
- Thời gian phản ứng: $3,5 \div 4,5$ giờ

Các chỉ tiêu kỹ thuật của sản phẩm oxydat

Màu sắc sản phẩm:	Vàng sáng
Hình dạng:	Dầu sánh
Chỉ số axit	$45 \div 55 \text{ mg KOH/g}$
Chỉ số este	$50 \div 85 \text{ mg KOH/g}$

5. Tách sản phẩm :

Sản phẩm oxydat thu được sau phản ứng oxy hoá, sau khi xác định các chỉ số axit, chỉ số xà phòng hoá được đưa vào trung hoà bằng dung dịch NaOH 20%. Thời gian phản ứng 2 - 3 giờ ở nhiệt độ 90 - 95°C. Sau đó để lắng tách lớp 12 giờ trong thiết bị chiết, sau 12 giờ phần xà phòng hoá được chiết ra dưới dạng dung dịch muối Natri được phối chế với các phụ gia thành thuốc tập hợp dạng thương phẩm.

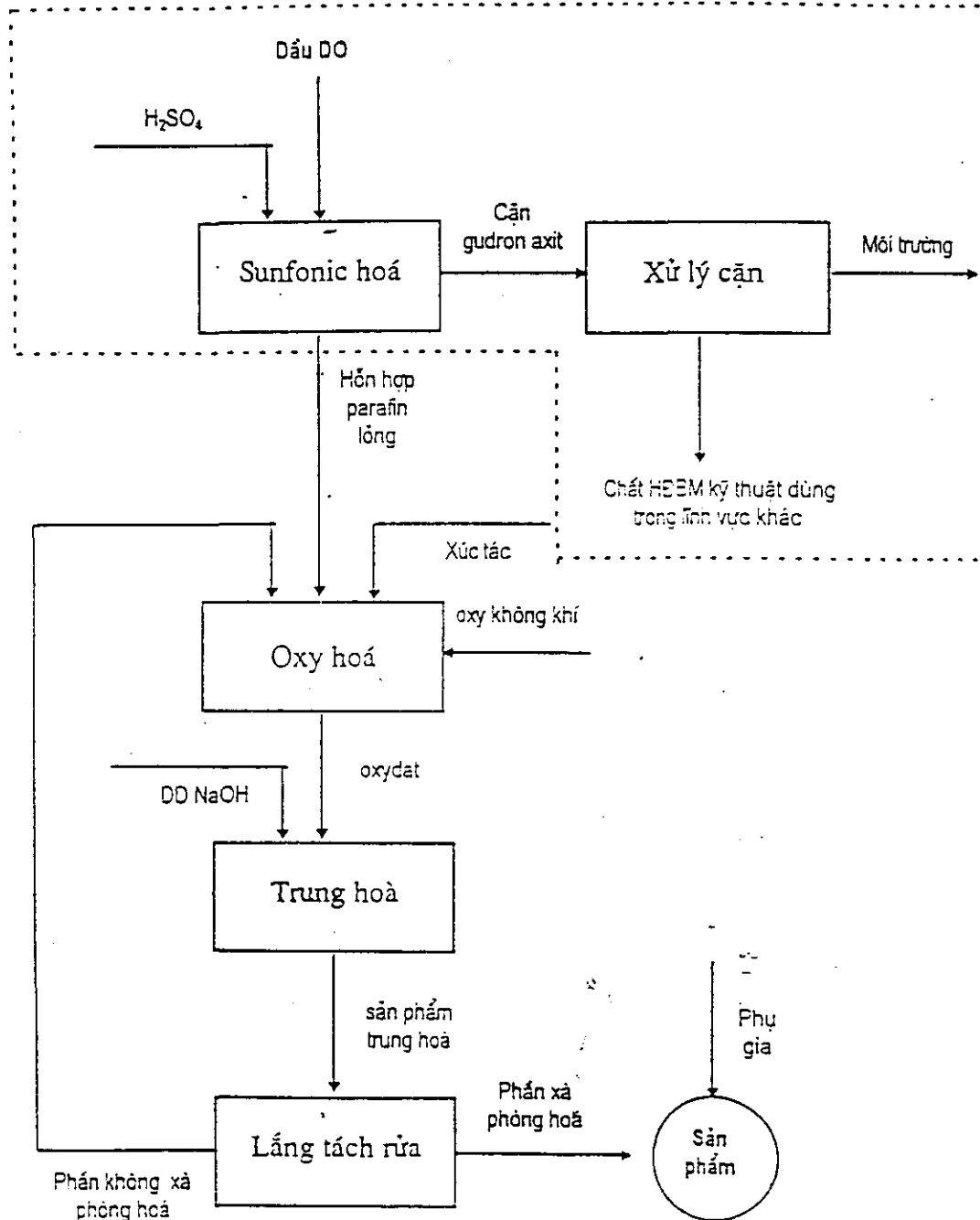
Để phân biệt với thuốc tập hợp DO-93 từ dầu DO, chúng tôi ký hiệu thuốc tập hợp từ M2 này là DO-93A.

Phần parafin chưa phản ứng (dầu thu hồi) tách ra (lớp trên lớp dung dịch xà phòng) được đem trộn với parafin mới và cho vào phản ứng oxy hoá ở lần sau.

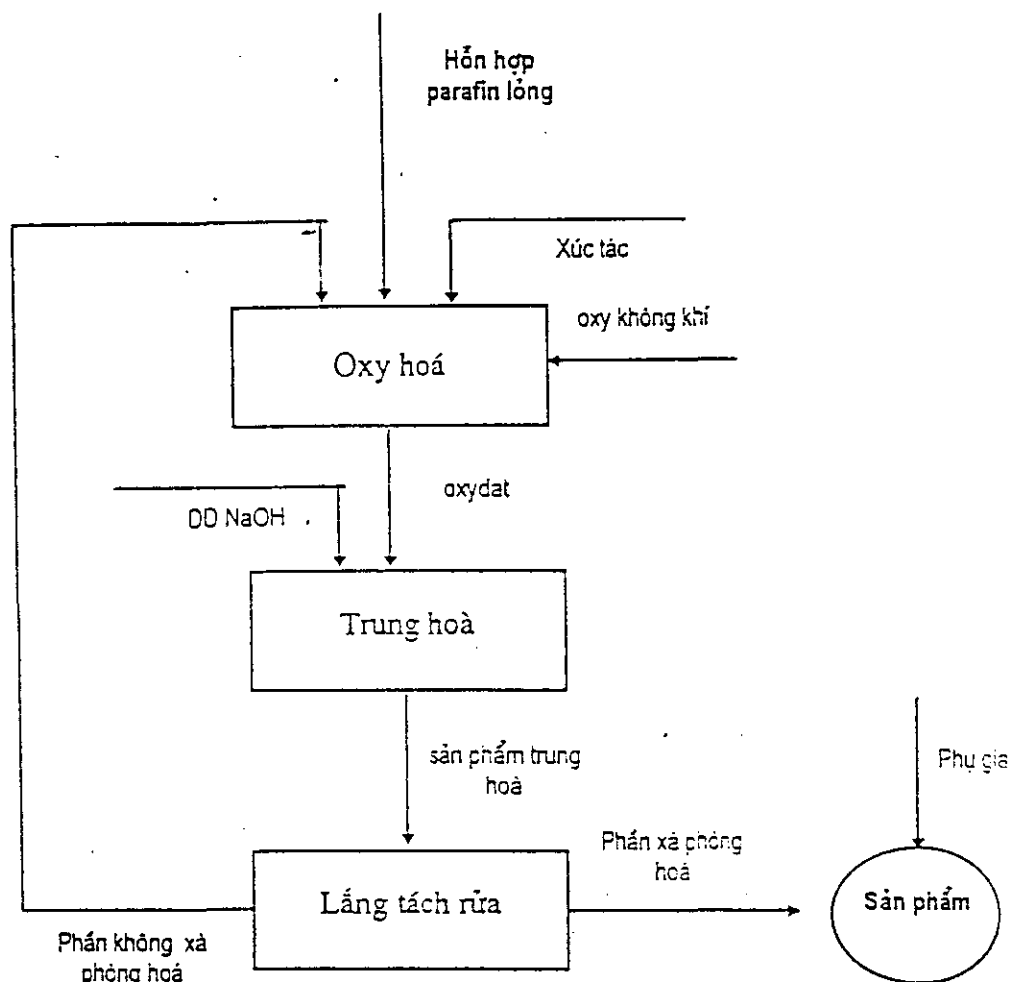
6. So sánh các chỉ tiêu kỹ thuật chính của sản phẩm DO-93 A với DO-93

Tên gọi	Chỉ tiêu kỹ thuật đạt được	
	DO - 93	DO - 93A
Màu sắc	Nâu sẫm	Nâu sẫm
Hình dạng	Dầu sánh	Dầu sánh
Hàm lượng chất hữu cơ %	42 - 50	45 - 50
Chỉ số axit phần hữu cơ mg KOH/g	100 - 125	100 - 120

**SƠ ĐỒ QUY TRÌNH CÔNG NGHỆ CHẾ TẠO
THUỐC TẬP HỢP DO-93 TỪ DẦU DO (DIEZEN)**



**SƠ ĐỒ QUY TRÌNH CÔNG NGHỆ CHẾ TẠO
THUỐC TẬP HỢP DO - 93A TỪ PARAFIN LÔNG (MẪU M2)**



7. Định mức tiêu hao nguyên liệu cho 1 tấn sản phẩm DO-93A (100% hoạt chất)

Tính trung bình các số liệu thí nghiệm trên parafin lông mẫu M2

- Parafin lông (tấn)	1,3
- axit H_2SO_4 96% (tấn)	0,2
- NaOH (100%) (tấn)	0,42
- Xúc tác (kg)	1,3

8. So sánh thành phần chất thải ra môi trường của quá trình sản xuất sản phẩm DO-93A với DO-93 (*Phần phụ lục*)

Trong thành phần khí thải của quá trình oxy hoá có chứa một phần nhỏ axit hữu cơ mạch ngắn, este nhẹ, andehyd và hơi nước (là những chất tạo mùi chính) phần này dễ cháy, để xử lý những khí thải này trên hệ thống thiết bị oxy hoá lắp đặt một số thiết bị làm lạnh ngưng tụ, tách loại nước và phân dầu nhẹ. Còn khí thải không ngưng theo đường ống đi ra ngoài qua một buồng đốt (được đốt bằng than) cháy hết, chuyển hoá hoàn toàn thành CO_2 và H_2O không gây độc hại cho môi trường bên ngoài.

9. Phương pháp phân tích những chỉ số cơ bản trong quá trình sản xuất thuốc tập hợp.

a. Chỉ số axit

Hoá chất:

1. Rượu etilic 95%
2. Dung dịch KOH trong rượu
3. Phenolphtalein
4. Ete

Cách làm: Cân dầu mỡ gần 5g lấy chính xác 0,0002g hoà tan vào 50ml hỗn hợp 95° rượu và ete theo tỷ lệ thể tích 1:1. Nếu chất để bình thường không tan thì phải đun cách thuỷ có sinh hàn bóng cho đến khi dầu mỡ tan hoàn toàn. Sau đó cho vào dung dịch 1ml phenolphtalein và chuẩn bằng dung dịch KOH.0,1N trong cồn cho đến khi xuất hiện màu hồng bền trong 30s.

$$\text{CSA} = \frac{v \cdot 5,61}{g}$$

v : Lượng KOH.0,1N tiêu tốn để chuẩn mẫu (ml)

g : Trọng lượng chất cần phân tích (gam).

b. Chỉ số xà phòng hoá

Hoá chất:

Dung dịch KOH.0,5N trong rượu

2. Dung dịch HCl.0,5N

3. Phenolphthalein

Cách làm: Cân khoảng 1-2g chất chính xác 0,0002g cho vào bình có dung tích 250ml cho vào đó 25ml KOH.0,5N pha trong rượu. Nối bình với sinh hàn hồi lưu đun cách thủy 1-1,5h khi thấy dung dịch trong suốt không còn giọt dầu là được. Ngưng đun cho vào đó 1ml dung dịch phenolphthalein và chuẩn bằng dung dịch HCl.0,5N đến khi mất màu. Làm mẫu trắng song.

$$CSX = \frac{(V1 - V2) \times 28,05}{g}$$

V1 : Lượng HCl.0,5N tiêu tốn để chuẩn mẫu trắng (ml)

V2 : Lượng HCl.0,5N tiêu tốn để chuẩn mẫu có chất (ml)

g : Trọng lượng chất (gam)

V. KẾT QUẢ THÍ NGHIỆM TUYỂN NỔI QUẶNG APATIT LOẠI III LAO CAI TRONG PHÒNG THÍ NGHIỆM.

KSTK : Nguyễn Thị Minh chủ trì

1. Mẫu quặng, nước, thuốc tuyển dùng nghiên cứu.

- *Mẫu quặng*: do mục đích của đề tài quy định, trong quá trình nghiên cứu đã sử dụng mẫu quặng loại 3 tổng hợp có hàm lượng quặng đầu là 15,8% P_2O_5 . Áp dụng phương pháp mới nhất, trong mẫu quặng nghiên cứu này khi gia công đã không tách tầng sót.

Thành phần độ hạt quặng đầu đã đập đến cấp -2,5 mm. Trong mẫu quặng này P_2O_5 tập trung chủ yếu là ở cấp hạt mịn -0,074 mm và ở cấp hạt thô nhất (-2,5 +1), còn lại rải rác ít hơn ở các cấp hạt khác.

Sau khi tiến hành phân tích toàn phần mẫu nghiên cứu được kết quả như sau:

Thành phần hoá học mẫu nghiên cứu:

P_2O_5 (%)	CO_2 (%)	Al_2O_3 (%)	Fe_2O_3 (%)	CaO (%)	MgO (%)	SiO_2 (%)
15,81	0,5	6,26	3,80	20,13	1,81	45,32

Như vậy, mẫu quặng không tách tầng sót ở trên có các thành phần tương đương và đặc trưng cho mẫu quặng apatit loại III của Mô đưa vào nhà máy tuyển.

KẾT QUẢ PHÂN TÍCH RÂY MẪU QUẶNG NGHIÊN CỨU

(đã đập đến -2,5 mm)

Cấp hạt (mm)	Thu hoạch (%)	Hàm lượng P_2O_5 (%)	Thực thu (%)
-0,5 -1	12,68	15,81	12,68
-1 +0,56	5,94	14,97	5,62
-0,56 +0,3	5,32	12,49	4,20
-0,3 +0,2	2,85	10,63	1,92
-0,2 +0,1	7,02	9,67	4,29
-0,1 +0,074	13,24	10,20	8,54
-0,074 +0,04	16,76	15,00	15,90
-0,04 +0,02	22,98	22,18	32,11
-0,02 +0,01	9,68	18,12	11,09
-0,01	3,62	16,01	3,65
Cộng	100,00	15,81	100,00

-Nước dùng trong quá trình nghiên cứu

Các nghiên cứu tuyển được tiến hành với nước lấy tại nguồn nước sử dụng cho nhà máy tuyển Lào Cai để phân nào giảm được những ảnh hưởng của môi trường tuyển cũng như những sai số khi tuyển từ quy mô phòng thí nghiệm lên sản xuất tại nhà máy

KẾT QUẢ PHÂN TÍCH MẪU NƯỚC DÙNG NGHIÊN CỨU

pH	Tổng độ cứng mg/l	Ca^{2+} mg/l	Mg^{2+} mg/l	Cl^- mg/l	HCO_3^- mg/l	Fe^{3+} mg/l	SO_4^{2-} mg/l	K^+, Na^+ mg/l
7,7	0,7	9,98	2,01	5,31	48,85	0,42	1,68	7,44

-Hoá chất, thuốc tuyển dùng nghiên cứu

+ Thuốc đè chìm: Dùng thuỷ tinh lỏng Việt Trì

Có hàm lượng $\text{SiO}_2 = 33,18\%$; $\text{Na}_2\text{O} = 12,78\%$

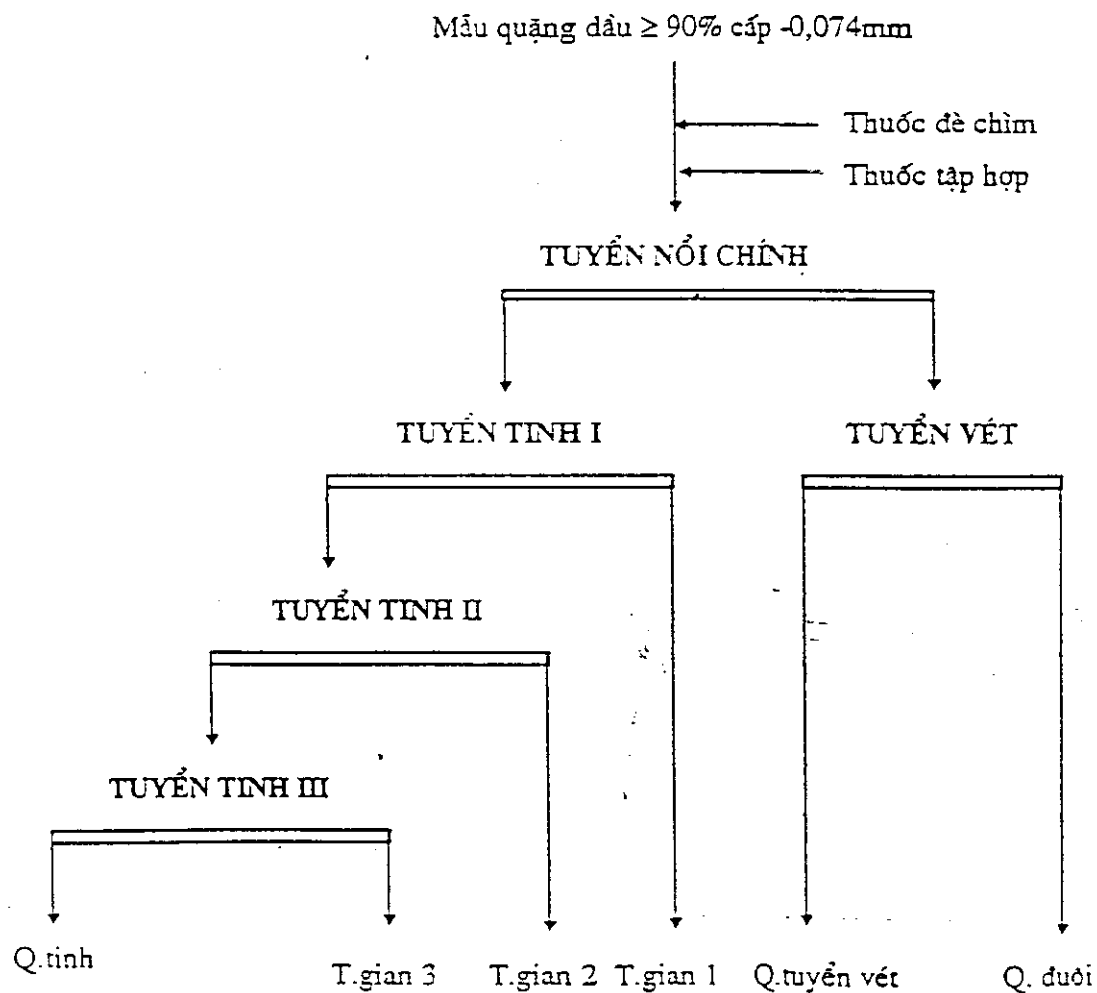
Modul = M = 2,59

Tỷ trọng $d = 1,5 \text{ g/cm}^3$

+ Thuốc tập hợp:

Dùng hai mẫu thuốc tập hợp của Viện HHCN là DPO - 93A loại mới chế tạo và DPO - 93

Cả hai mẫu thuốc tập hợp trên pha ở nồng độ 0,5%, còn thuỷ tinh lỏng pha ở nồng độ 1%.



Sơ đồ tuyển nổi vòng hở gồm 1 lần tuyển vết và 3 lần tuyển tinh

2. Nghiên cứu tuyển

Do khuôn khổ của đề tài, trong quá trình nghiên cứu đã tiến hành làm các thí nghiệm vòng hồ. Sơ đồ tuyển vòng hồ gồm Tuyển chính, một lần tuyển vét và 3 lần tuyển tinh. Mục đích để xác định khả năng tuyển lựa (tập hợp và chọn lọc) của thuốc DPO-93A, ngoài ra còn so sánh một cách định tính với thuốc DPO-93 về khả năng tuyển lựa cũng như các tính chất khác. Các thí nghiệm được tiến hành trên cơ sở thay đổi chi phí thuốc đè chìm cũng như thuốc tập hợp với các tỉ lệ tham gia khác trong thành phần thuốc tập hợp.

Dựa trên nguồn gốc cũng như tính chất của thuốc tập hợp, đã tiến hành thí nghiệm với các chi phí thủy tinh lỏng từ 1700 g/t - 2000 g/t và chi phí thuốc tập hợp từ 300 - 500 g/t, nhận thấy:

Với chi phí thủy tinh lỏng từ 1800 - 2000 g/t và thuốc tập hợp từ 400 - 500 g/t kết quả thu được rất khả quan. Tuy nhiên, đỉnh cao là chi phí thủy tinh lỏng 2000 g/t và thuốc tập hợp 500 g/t. Đã làm thí nghiệm với chi phí thủy tinh lỏng > 2000 g/t và thuốc tập hợp > 500 g/t, nhưng kết quả thua kém các chế độ trên, nguyên nhân quá thừa thuốc, tạo lên sự mất cân bằng giữa các pha trong môi trường bùn tuyển.

So sánh thuốc DPO-93A và DPO-93

- Về thu hoạch và thực thu quặng tinh, thuốc DPO-93A cho kết quả cao hơn DPO-93.

- Hàm lượng P_2O_5 còn lại trong đuôi thải khi tuyển với thuốc DPO-93A thấp hơn thuốc DPO-93.

- Tốc độ tuyển nổi và tốc độ lắng đọng tinh quặng của hai loại thuốc tuyển tương đương nhau. Tuy nhiên hệ số tạo bọt của thuốc DPO-93A có cao hơn DPO-93, tạo khả năng cho thực thu cao hơn.

Ở mức độ nghiên cứu sơ bộ (tuyển vòng hồ) trong phòng thí nghiệm, thuốc tập hợp DPO-93A về định tính đã cho những kết quả khả quan. (Tại chế độ thủy tinh lỏng = 1800 - 2000 g/t; thuốc tập hợp DPO-93A = 400 - 500 g/t và tỷ lệ PO/DO = 30/70). Với 3 lần tuyển tinh sản phẩm quặng tinh đã đạt hàm lượng = 35 - 37% P_2O_5 sau 1 lần tuyển vét (không cấp thuốc vào tuyển vét) đuôi thải còn lại từ 4,5 - 5,5% P_2O_5 . So với thuốc tập hợp DPO-93, thuốc tập hợp DPO-93A có khả năng nổi trội hơn 1 chút.

Tuy nhiên để có được kết quả tin cậy hơn, cần phải tiến hành làm các thí nghiệm vòng kín và sử dụng nước tuần hoàn, chắc chắn chi phí thuốc sẽ giảm đi. Các chỉ tiêu tuyển nổi và mức tiêu hao thuốc tuyển nổi trên mới chỉ là sơ bộ, khi làm các thí nghiệm vòng kín và chuyển từ quy mô thí nghiệm sang sản xuất công nghiệp mức tiêu hao thuốc tập hợp thường biến động đáng kể. Ngoài ra chỉ trong một quá trình công nghệ liên tục các tính chất của thuốc tập hợp, độ bền của bọt tuyển nổi mới được bộc lộ đầy đủ. Vì vậy sự lựa chọn cuối cùng của thuốc tập hợp hiệu quả và xác định mức tiêu hao của chúng khi tuyển nổi quặng apatít loại III ở nhà máy tuyển chỉ có thể thực hiện theo kết quả trên xưởng Pilot của Công ty Apatit Việt Nam.

KẾT QUẢ TUYỂN VÒNG HỒ VỚI THUỐC TẬP HỢP DPO-93A

Số thí nghiệm	Loại thuốc tập hợp	Chi phí thuốc (g/l)		Tỷ lệ PO/DO	Sản phẩm	Thu hoạch %	P ₂ O ₅ (%)		Ghi chú
		Thuỷ tinh lỏng	Thuốc tập hợp				Hàm lượng	Thực thu	
33	DPO-93A	2000	500	20/80	Q.tính	30,28	34,66	66,51	
					Q.đuối	42,59	4,72	12,74	
					Q.tính tuyến vết	1,58	13,94	1,40	
					Trung gian 1	13,88	7,89	6,94	
					Trung gian 2	6,62	12,84	5,39	
					Trung gian 3	5,05	21,94	7,02	
					Cộng	100,00	15,80	100,00	
34	DPO-93A	2000	500	30/70	Q.tính	32,51	34,78	71,55	
					Q.đuối	41,49	4,10	10,76	
					Q.tính tuyến vết	2,17	7,50	1,03	
					Trung gian 1	12,38	6,54	5,12	
					Trung gian 2	6,50	12,19	5,01	
					Trung gian 3	4,95	20,83	6,53	
					Cộng	100,00	15,80	100,00	
35	DPO-93A	2000	500	40/60	Q.tính	27,78	35,44	62,95	
					Q.đuối	46,30	5,53	16,37	
					Q.tính tuyến vết	2,47	7,17	1,13	
					Trung gian 1	12,34	9,25	7,30	
					Trung gian 2	6,79	13,51	5,87	
					Trung gian 3	4,32	23,09	6,38	
					Cộng	100,00	15,64	100,00	

36	DPO-93A	2000	500	50/50	Q.tính	26,79	36,04	61,63	
					Q.đuôi	46,73	5,27	15,73	
					Q.tính tuyến vết	2,18	8,75	1,22	
					Trung gian 1	14,33	9,61	8,79	
					Trung gian 2	6,23	15,92	6,33	
					Trung gian 3	3,74	26,41	6,30	
					Cộng	100.00	15.67	100.00	
37	DPO-93A	2000	400	30/70	Q.tính	25,32	35,52	57,43	
					Q.đuôi	48,10	5,61	17,23	
					Q.tính tuyến vết	1,58	10,15	1,03	
					Trung gian 1	13,92	10,76	9,57	
					Trung gian 2	7,28	19,29	8,97	
					Trung gian 3	3,80	23,75	5,77	
					Cộng	100.00	15.66	100.00	
38	DPO-93A	2000	400	40/60	Q.tính	26,32	36,12	59,90	
					Q.đuôi	47,68	5,25	15,77	
					Q.tính tuyến vết	2,17	9,09	1,24	
					Trung gian 1	13,93	11,60	10,18	
					Trung gian 2	5,88	16,35	6,06	
					Trung gian 3	4,02	27,04	6,85	
					Cộng	100.00	15.87	100.00	

39	DPO-93A	1800	400	20/80	Q.tính	25,39	36,41	58,52	
					Q.đuôi	47,46	5,72	17,25	
					Q.tính tuyến vết	1,88	9,16	1,09	
					Trung gian 1	13,52	10,00	8,56	
					Trung gian 2	7,17	16,08	7,30	
					Trung gian 3	4,40	26,15	7,28	
					Cộng	100,00	15,80	100,00	
40	DPO-93A	1800	400	30/70	Q.tính	27,42	35,60	62,06	
					Q.đuôi	46,77	5,40	16,06	
					Q.tính tuyến vết	1,94	9,20	1,14	
					Trung gian 1	13,55	9,54	8,22	
					Trung gian 2	6,45	16,57	6,79	
					Trung gian 3	3,87	23,27	5,73	
					Cộng	100,00	15,73	100,00	
41	DPO-93A	1800	400	40/60	Q.tính	26,53	36,12	60,42	
					Q.đuôi	45,73	5,40	15,57	
					Q.tính tuyến vết	2,74	7,53	1,30	
					Trung gian 1	13,42	10,03	8,49	
					Trung gian 2	7,62	15,31	7,36	
					Trung gian 3	3,96	27,42	6,86	
					Cộng	100,00	15,86	100,00	

KẾT QUẢ TUYỂN VÒNG HỒ VỚI THUỐC TẬP HỢP DPO-93

Số thí nghiệm	Loại thuốc tập hợp	Chi phí thuốc (g/t)		Tỷ lệ PO/DO	Sản phẩm	Thu hoạch %	P ₂ O ₅ (%)		Ghi chú
		Thủy tinh lỏng	Thuốc tập hợp				Hàm lượng	Thực thu	
42	DPO-93	2000	500	20/80	Q.tính	29,13	36,00	66,37	
					Q.đuôi	42,07	4,92	13,10	
					Q.tính tuyển vệt	2,91	7,41	1,36	
					Trung gian 1	15,21	7,64	7,36	
					Trung gian 2	6,80	15,30	6,59	
					Trung gian 3	3,88	21,26	5,22	
					Cộng	100,00	15,80	100,00	
43	DPO-93	2000	500	30/70	Q.tính	30,09	35,12	66,67	
					Q.đuôi	44,83	5,32	15,05	
					Q.tính tuyển vệt	3,45	7,83	1,70	
					Trung gian 1	13,17	9,34	7,76	
					Trung gian 2	5,64	14,48	5,15	
					Trung gian 3	2,82	20,69	3,68	
					Cộng	100,00	15,85	100,00	
44	DPO-93	2000	500	40/60	Q.tính	25,16	36,58	57,99	
					Q.đuôi	47,20	6,73	20,02	
					Q.tính tuyển vệt	3,42	8,25	1,78	
					Trung gian 1	15,22	10,53	10,10	
					Trung gian 2	5,90	15,03	5,59	
					Trung gian 3	3,10	23,15	4,52	
					Cộng	100,00	15,87	100,00	

45	DPO-93	1800	400	20/80	Q.tính	28,13	35,07	62,16	
					Q.đuôi	42,61	5,73	15,38	
					Q.tính tuyến vết	3,02	7,98	1,52	
					Trung gian 1	15,17	8,19	7,82	
					Trung gian 2	6,34	15,46	6,17	
					Trung gian 3	4,73	23,34	6,95	
					Cộng	100,00	15,87	100,00	
46	DPO-93	1800	400	30/70	Q.tính	27,94	35,00	62,49	
					Q.đuôi	45,08	5,53	15,92	
					Q.tính tuyến vết	3,49	7,70	1,72	
					Trung gian 1	14,29	9,66	8,82	
					Trung gian 2	5,71	15,86	5,78	
					Trung gian 3	3,49	23,62	5,27	
					Cộng	100,00	15,65	100,00	
47	DPO-93	1800	400	40/60	Q.tính	27,51	35,51	62,02	
					Q.đuôi	46,73	5,82	17,27	
					Q.tính tuyến vết	2,95	7,98	1,49	
					Trung gian 1	13,66	10,05	8,72	
					Trung gian 2	7,81	16,92	8,39	
					Trung gian 3	1,34	24,76	2,11	
					Cộng	100,00	15,75	100,00	

SO SÁNH KHẢ NĂNG TUYỂN LỰA CỦA DPO-93A VÀ DPO-93 Ở TỈ LỆ PO/DO = 30/70

Số thí nghiệm	Loại thuốc tập hợp	Chi phí thuốc (g/t)		Tỷ lệ PO/DO	Sản phẩm	Thu hoạch %	P ₂ O ₅ (%)		Ghi chú
		Thủy tinh lỏng	Thuốc tập hợp				Hàm lượng	Thực thu	
34	DPO-93A	2000	500	30/70	Q.tính	32,51	34,78	71,55	
					Q.đuôi	41,49	4,10	10,76	
					Q.tính tuyến vết	2,17	7,50	1,03	
					Trung gian 1	12,38	6,54	5,12	
					Trung gian 2	6,50	12,19	5,01	
					Trung gian 3	4,95	20,83	6,53	
					Cộng	100,00	15,80	100,00	
43	DPO-93	2000	500	30/70	Q.tính	30,09	35,12	66,67	
					Q.đuôi	44,83	5,32	15,05	
					Q.tính tuyến vết	3,45	7,83	1,70	
					Trung gian 1	13,17	9,34	7,76	
					Trung gian 2	5,64	14,48	5,15	
					Trung gian 3	2,82	20,69	3,68	
					Cộng	100,00	15,85	100,00	
40	DPO-93A	1800	400	30/70	Q.tính	27,42	35,60	62,06	
					Q.đuôi	46,77	5,40	16,06	
					Q.tính tuyến vết	1,94	9,20	1,14	
					Trung gian 1	13,55	9,54	8,22	
					Trung gian 2	6,45	16,57	6,79	
					Trung gian 3	3,87	23,27	5,73	
					Cộng	100,00	15,73	100,00	
46	DPO-93	1800	400	30/70	Q.tính	27,94	35,00	62,49	
					Q.đuôi	45,08	5,53	15,92	
					Q.tính tuyến vết	3,49	7,70	1,72	
					Trung gian 1	14,29	9,66	8,82	
					Trung gian 2	5,71	15,86	5,78	
					Trung gian 3	3,49	23,62	5,27	
					Cộng	100,00	15,65	100,00	

SO SÁNH KẾT QUẢ TUYỂN HAI LOẠI THUỐC TẬP HỢP DPO-93A VÀ DPO-93

Chi phí thuốc (g/t)	Thuốc tập hợp	Tỷ lệ PO/DO	DPO - 93A				DPO-93			
			Quặng tinh (%)			Quặng đuôi (%)	Quặng tinh (%)			Quặng đuôi
			Thu hoạch	Hàm lượng	Thực thu		Th.hoach	H.lượng	Thực thu	
2000	500	20/80	30.28	34.66	66.51	4.72	29.13	36.00	66.37	4.92
		30/70	32.51	34.78	71.55	4.10	30.09	35.12	66.67	5.32
		40/60	27.78	35.44	62.95	5.53	25.16	36.58	57.99	6.73
1800	400	20/80	25.39	36.41	58.52	5.72	28.13	35.07	62.16	5.73
		30/70	27.42	35.60	62.06	5.40	27.94	35.00	62.49	5.53
		40/60	26.53	36.12	60.42	5.40	27.51	35.51	62.02	5.82

VI. KẾT LUẬN VÀ KIẾN NGHỊ

1. Kết luận:

- Đã tìm ra được nguồn nguyên liệu parafin lỏng có thành phần phân đoạn tương đương với parafin lỏng tách ra từ dầu DO, có khả năng cung cấp ổn định, lâu dài cho việc sản xuất ở quy mô công nghiệp.

- Đã nghiên cứu đưa ra được quy trình công nghệ sản xuất thuốc tuyển dạng DO-93 bằng phương pháp oxy hoá trực tiếp parafin lỏng có sẵn trên thị trường (Giảm bớt được 2 công đoạn độc hại và ô nhiễm môi trường khi sản xuất từ dầu DO).

Thuốc tuyển DO-93A có các chỉ tiêu kỹ thuật, tương đương với thuốc tuyển DO-93

- Đã thí nghiệm tuyển nổi sơ bộ trên quặng apatit loại III Lào cai trong phòng thí nghiệm với thuốc tuyển DPO-93A và DPO-93 tính khả tuyển tương đương.

2. Kiến nghị:

Cho áp dụng vào dự án P sản xuất thử ở quy mô bán công nghiệp, nhằm:

- Tạo ra sản phẩm DPO-93A để thử nghiệm dài ngày trên dây chuyền tuyển quặng công nghiệp của nhà máy tuyển quặng apatit Việt nam .

- Ổn định công nghệ sản xuất, bổ sung đầy đủ các thông số kỹ thuật, công nghệ, thiết bị chuẩn bị cho việc lập dự án xây dựng một dây chuyền sản xuất thuốc tuyển dạng DPO-93 ở quy mô công nghiệp, đáp ứng nhu cầu của nhà máy tuyển quặng apatit Việt Nam.

TÀI LIỆU THAM KHẢO

1. Trần Hữu Bưu - Vũ Thế Trí

Báo cáo tổng kết kết quả nghiên cứu khoa học công nghệ năm 1991 - 1995 của đề tài KC.06.01

2. Цысковский В.К

Синтез жирных кислот и спиртов окислением жирных парафинов

3. Русановский. Е.С

Производство и применение жирных парафинов

4. Carriere G

Oxidation of petrochemicals: Chemistry and technology

5. Asinger, F

Paraffin chemistry and technology

PHỤ LỤC

KẾT QUẢ THÍ NGHIỆM OXY HOÁ PARAFIN LÔNG M2

Lượng chất cho vào oxy hoá: 100g xúc tác 0,1%

Ngày TN	T ^o phản ứng (°C)	V _{KK} l/h	P/P _{TH}	T phản ứng	CSA	CSX	CSE
19/9/98	150	120	100/0	5h	50	-	-
16/10	150	120	100/0	5h	52	-	-
17/10	150	120	100/0	5h30'	60	-	-
19/10	150	120	100/0	5h	51,2	136	84,8
21/10	150	100	50/50	3h	75,7	179	103,3
22/10	150	100	50/50	3h	78	133	55
26/10	150	100	100	3h	71	130,3	59,3
27/10	150	100	100	3h	57,8	123,5	65,7
28/10	150	100	100	4h	51,9	100,2	48,3
29/10	150-130	100	100	4h	61,3	116,8	55,5
2/11	150-130	100	50/50	3h30'	49,3	107,5	58,2
3/11	150-130	100	50/50	4h30'	52,8	109	56,2
5/11	150-130	100	50/50	3h30'	50,5	113,7	63,2
6/11	150-130	100	50/50	4h30'	55	120,7	65,7
7/11	150-130	100	50/50	3h30'	51,8	112	60,2
9/11	150-140	100	50/50	3h30'	52,3	111,8	59,5
10/11	150-140	100	45/55	3h	48,5	116	67,5
11/11	150-140	100	45/55	3h	44	107	63
13/11	150-140	100	40/60	3h	63	134,5	71,5
14/11	150-140	100	45/55	3h	53	114	61
16/11	150-140	100	45/55	3h	47	108,7	61,7

Giai đoạn Sunfonic hoá và xử lý

Chất thải	DO-93		DO-93A	
	Hàm lượng %	T/T sản phẩm	Hàm lượng %	T/T sản phẩm
- Dầu DO dư	5 ÷ 10	0,188 - 0,375	0	0
- Gudron axit	50 ÷ 55	1,87 - 2,06	0	0
- H ₂ SO ₄ dư	30 ÷ 35	1,13 - 1,31	0	0
- Các chất khác (H ₂ O...)	5 ÷ 10	0,188 - 0,375	0	0
Tổng		3,75	0	0
- Ca(OH) ₂ để trung hoà		1,51	0	0
Tổng lượng chất thải		5,26	0	0

Giai đoạn oxy hoá

TT	Chất thải	DO-93 và DO-93A			
		Trước khi đốt		Sau khi đốt	
		% Khối lượng	T/T parafin.h	% Khối lượng	T/T parafin.h
1	Ni tơ	75,4		75,1	
2	Ôxi	17,4		13,1	
3	sản phẩm oxy hoá không tan trong nước	1,1	0,041	-	-
4	Các chất hữu cơ tan trong nước	1,5	0,054	-	-
5	Nước	4,6	0,164	6,7	0,241
6	CO ₂	-	-	5,0	0,177

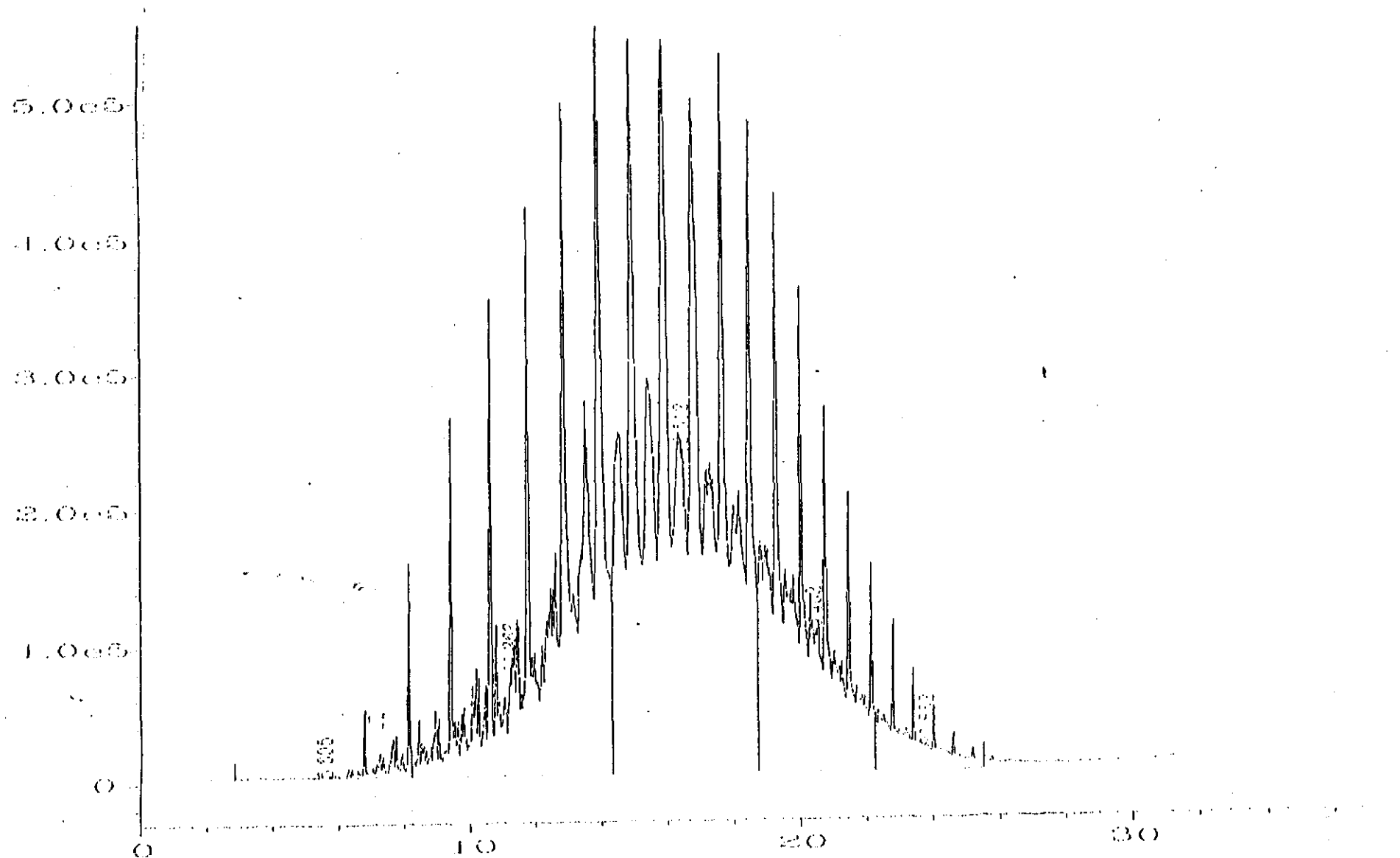


Fig. 1. In GC/MS/MS DATA PARACIN MAU 1.1.D

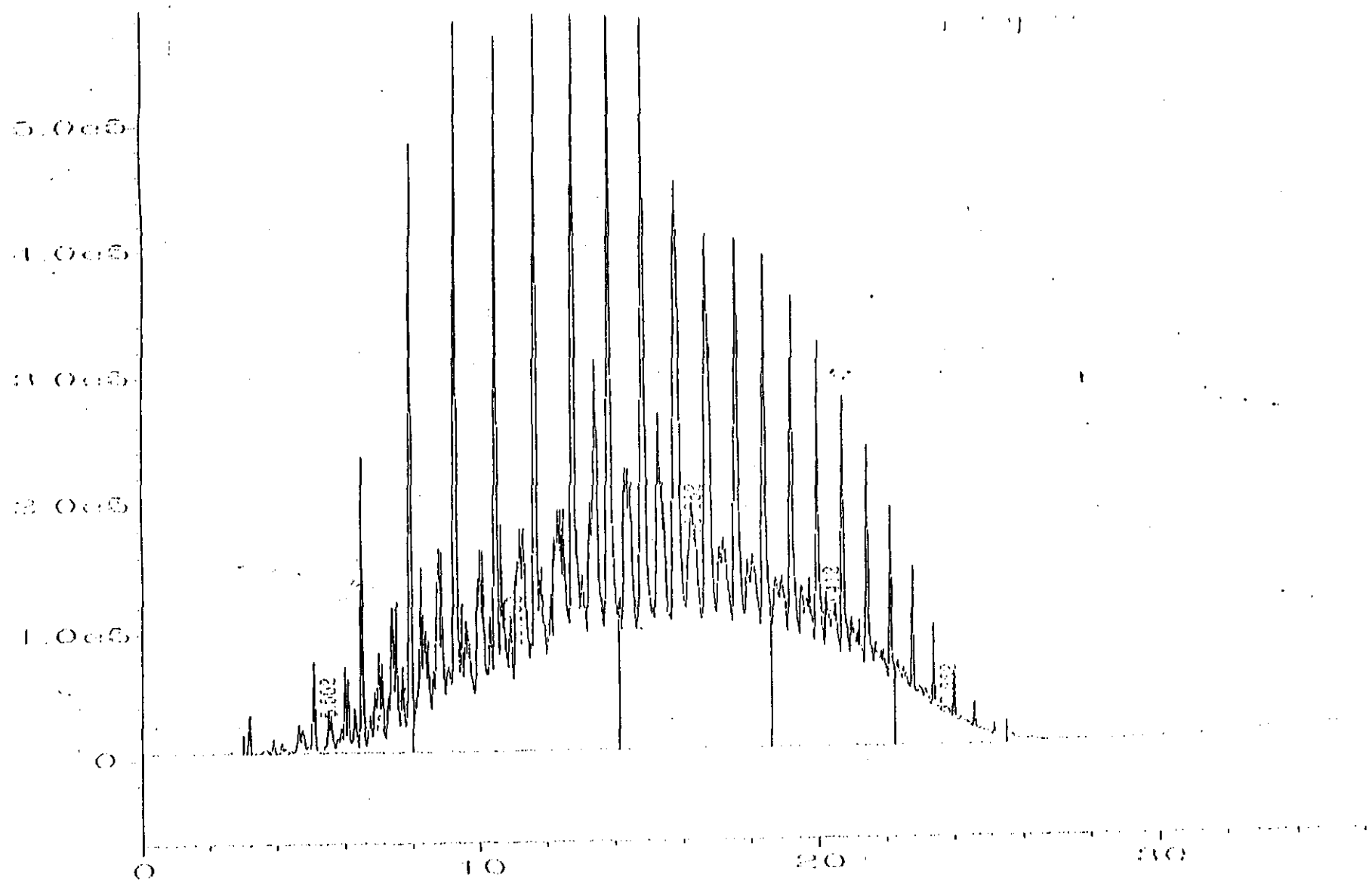
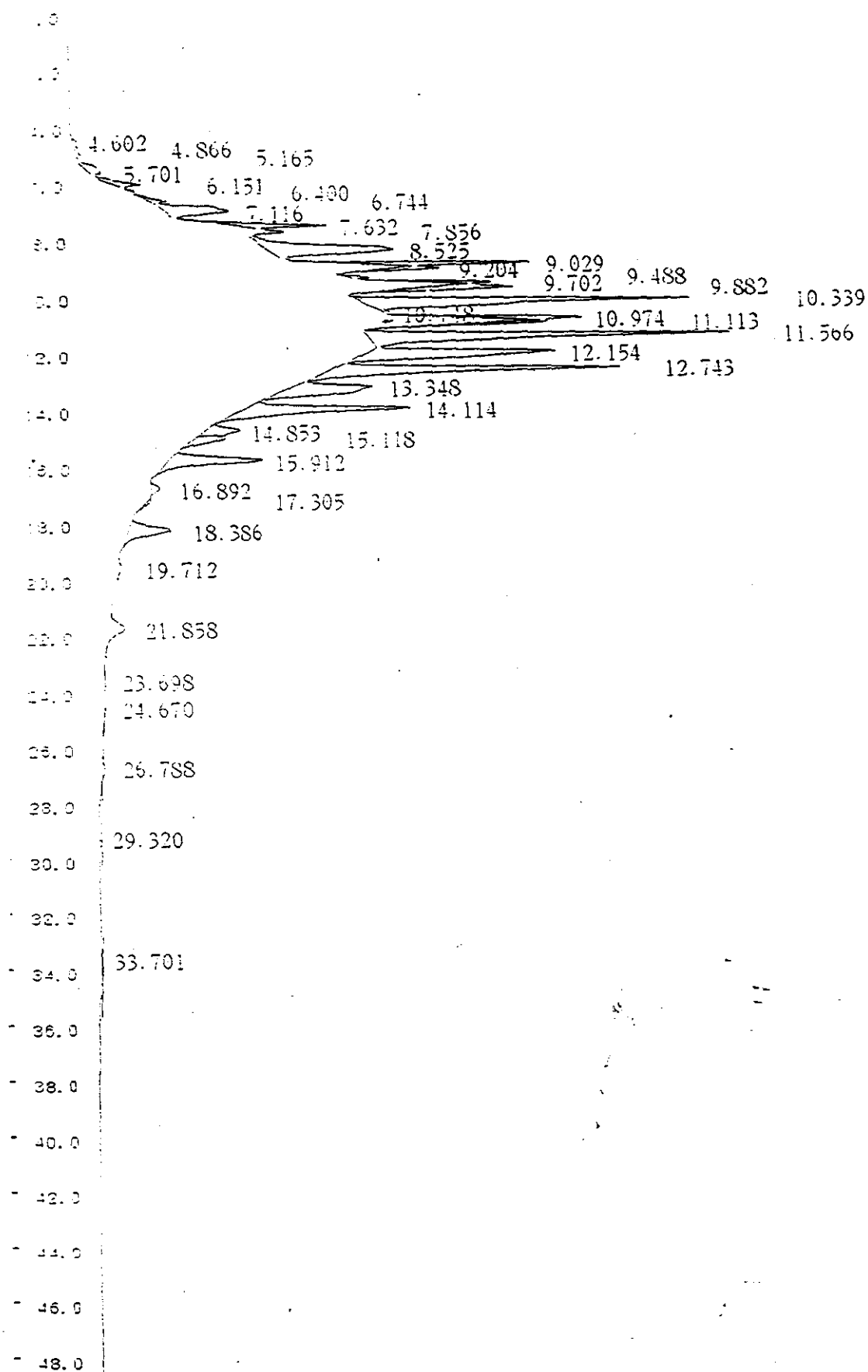
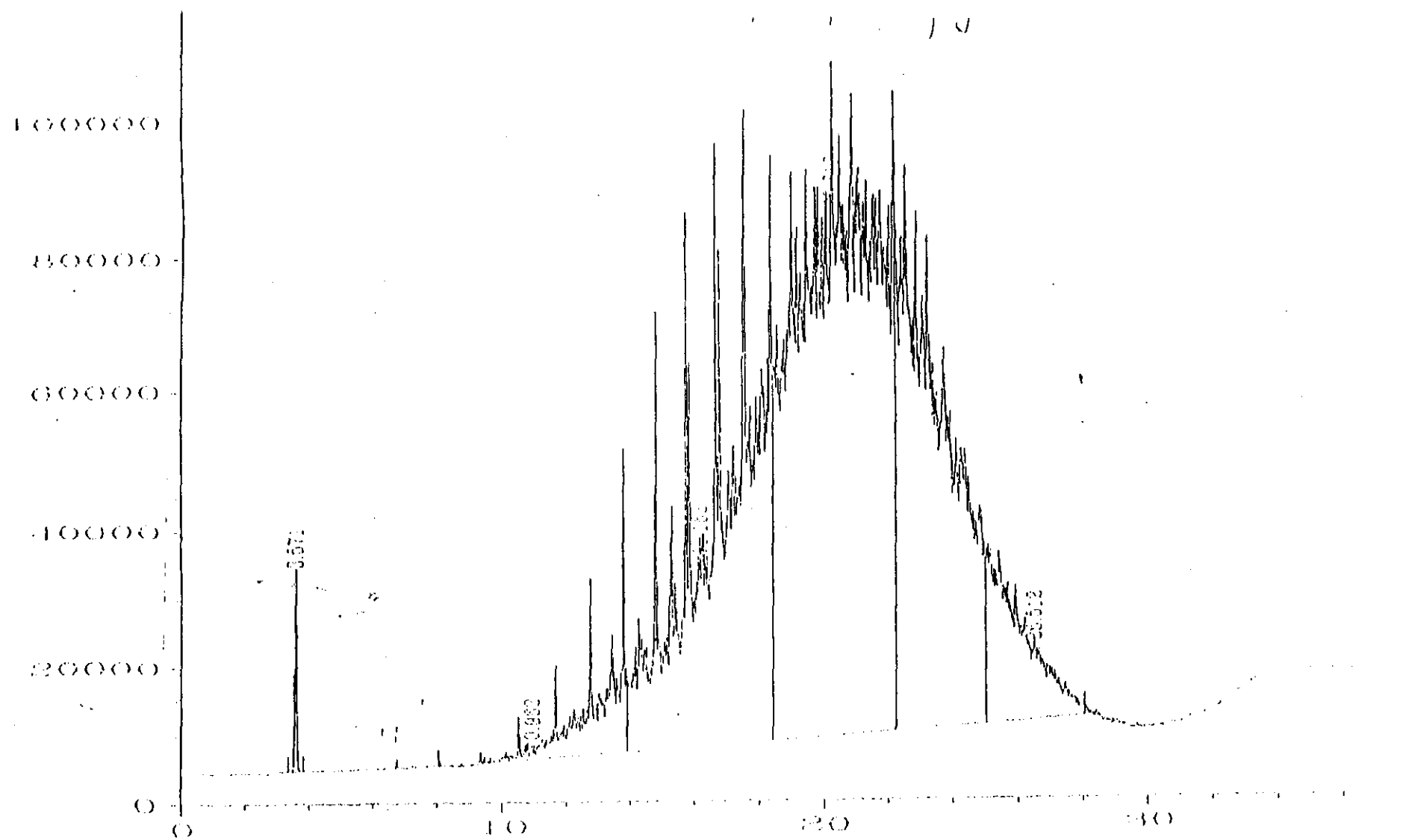


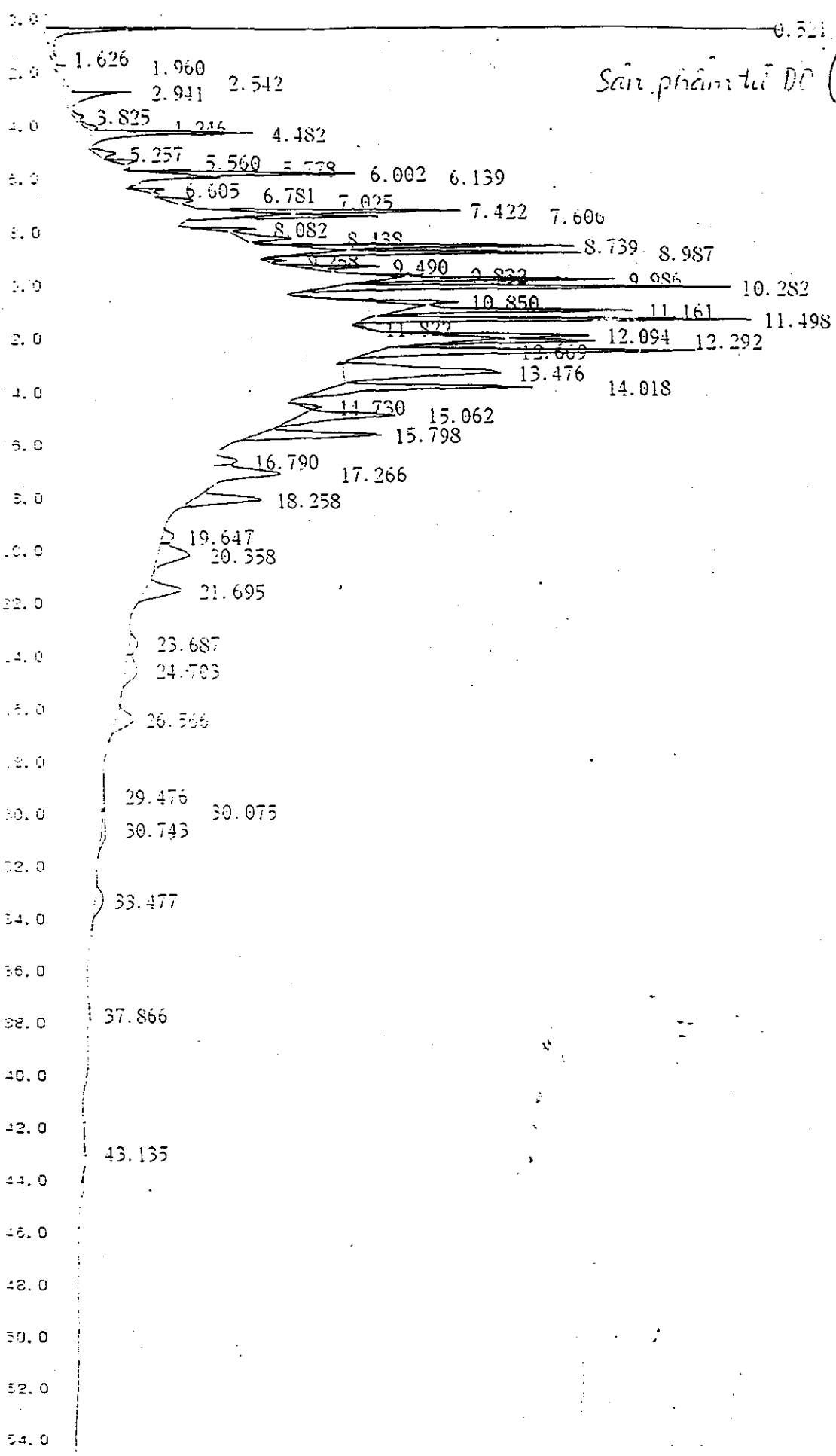
Fig. 1. GC/MS DATA (PARAFIN MAUFLD)

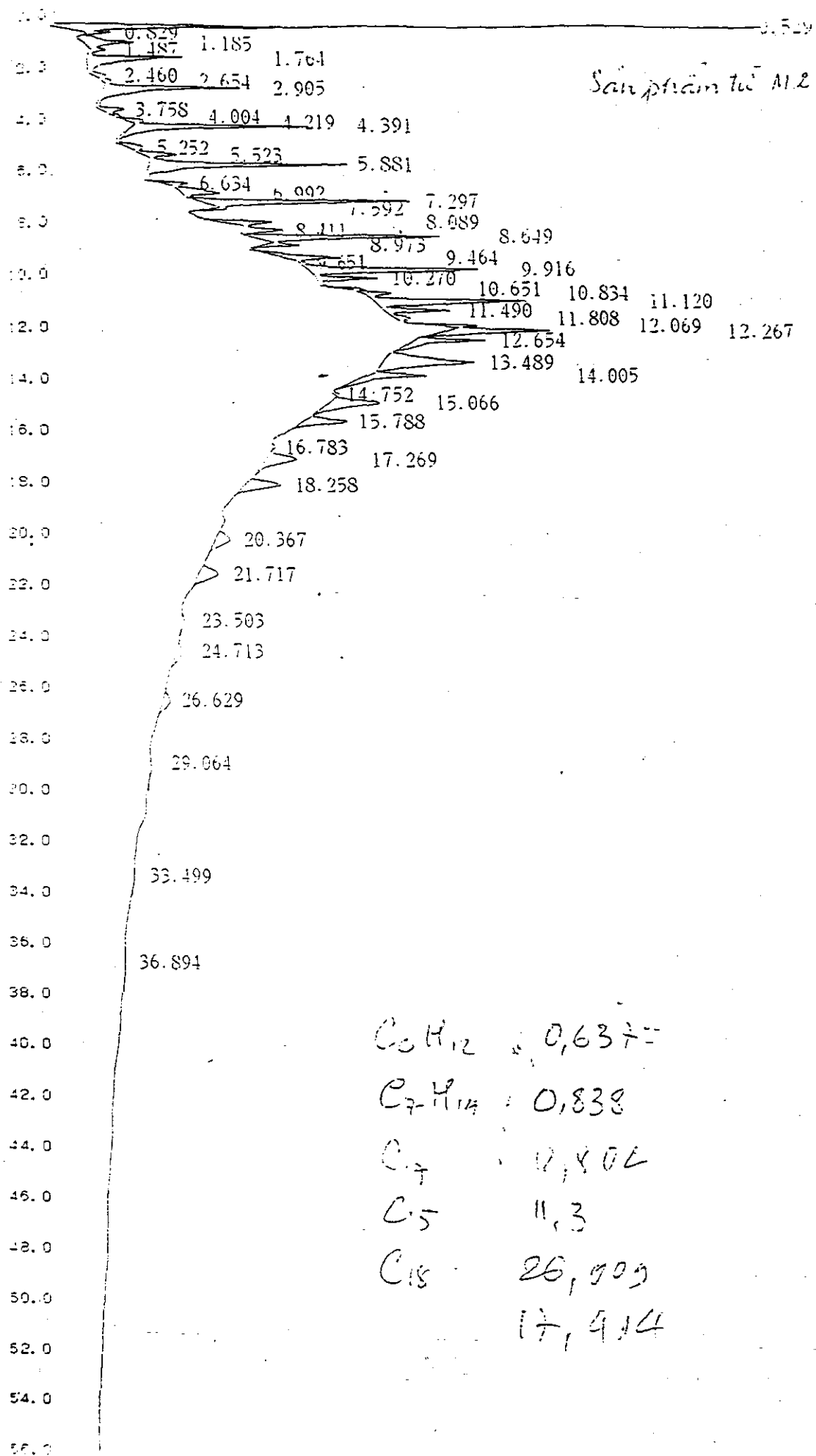


Maui M1 (Paraffin Cmply Leacan)

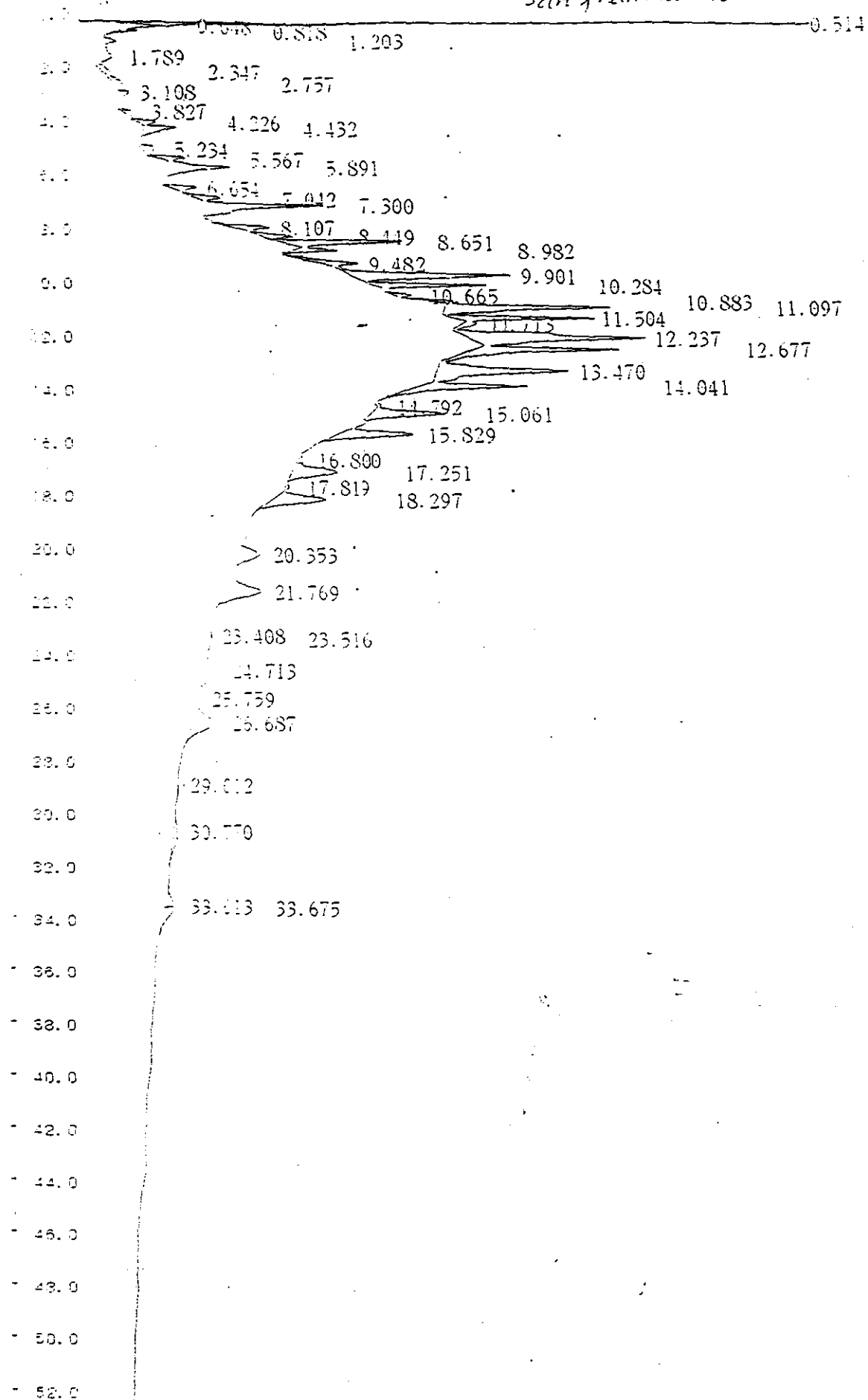


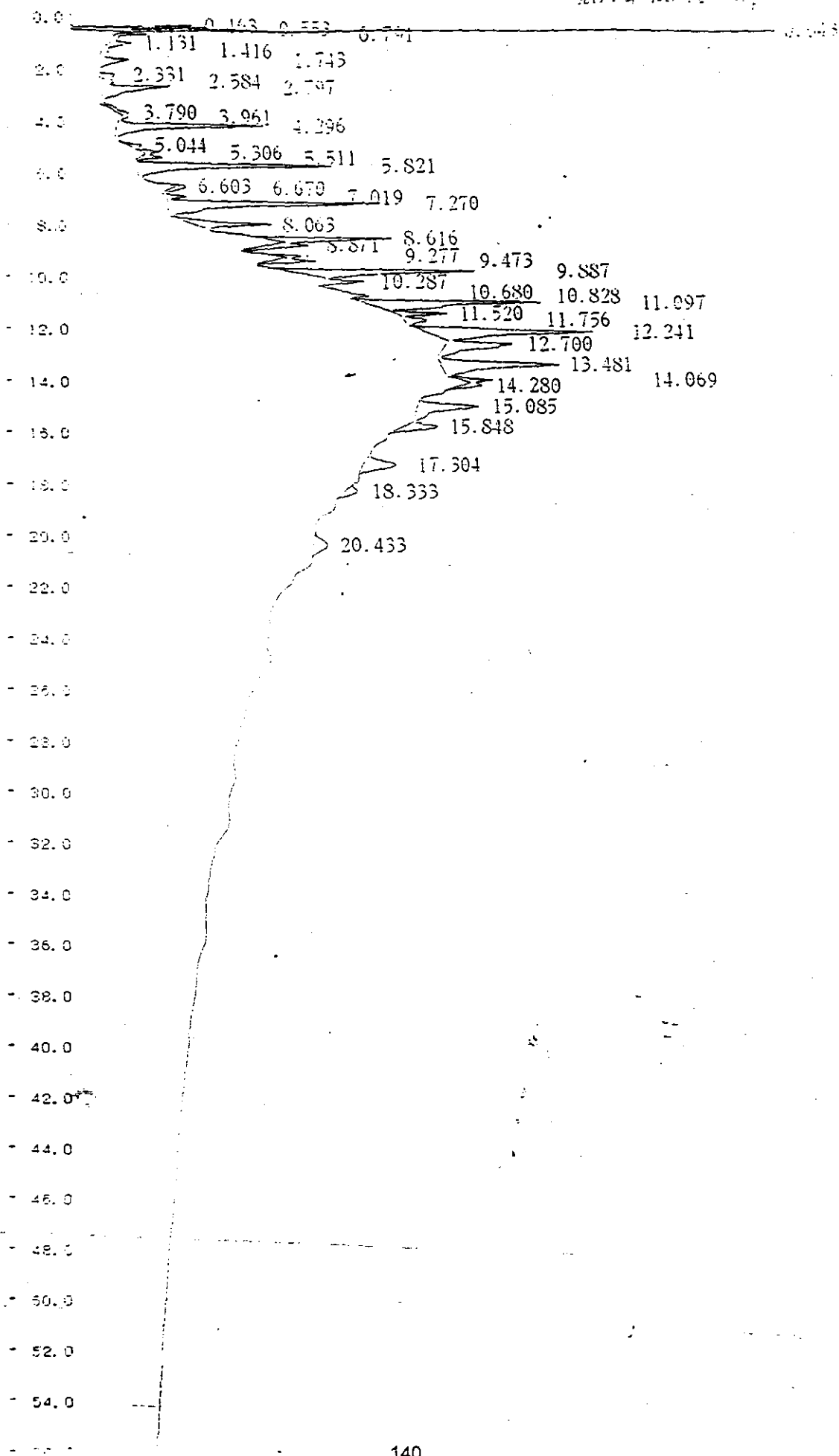
8025. 1 IN COLLECTION 1 DATA PARAFINMAU-1.D





San pixin-101 113





ANG DẦU
NGHIỆM

TRUNG TÂM HÓA NGHIỆM XĂNG DẦU

Phòng thí nghiệm được Tổng cục Tiêu chuẩn - Đo lường - Chất lượng
công nhận theo quyết định số 68/VPCNCL-QĐ Ngày 01/07/97 phù hợp
theo TCVN 5958-1995(ISO/IEC GUIDE 25) mang Số hiệu VILAS 071

PHIẾU KẾT QUẢ PHÂN TÍCH NHIÊN LIỆU

mẫu, ký hiệu: Diexon M1 Quy cách:
số: 1505 Ngày lấy mẫu:
chứa: phần tử DC (1998) Đơn vị gửi mẫu: Viện Hóa học công nghiệp

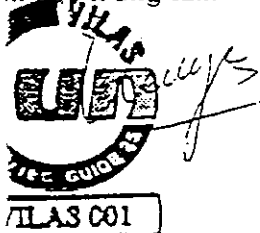
HẠNG MỤC THÍ NGHIỆM	PHƯƠNG PHÁP THÍ NGHIỆM	KẾT QUẢ
Khối lượng riêng ở 15°C.Kg/l	D 1298	0,8142
Nhiệt độ chớp lửa kín °C	D 93	90
Độ nhớt động học ở 20°C	D 445	6,865
Thành phần chưng cất. °C		
- Điểm sôi đầu	D 85	202
10%		240
20		250
30		274
40		287
50		300
60		312
70		325
80		341
90		351
96		371
Trị số iot (gI./100g)		
Hàm lượng nhựa thực tế. mg/100ml		
Tạp chất cơ học và nước. %		
Nhiệt độ bắt đầu kết tinh. °C		
Hàm lượng Lưu huỳnh. %		
Áp suất hơi bão hoà(mmHg)		

chú: - Kết quả này chỉ có giá trị cho mẫu thử.

- Không được phép sao chép nếu Giám đốc trung tâm chưa đồng ý.

phân tích xong: 23/10/98 Ngày cấp phiếu: 27/10/98

m đốc trung tâm



Trưởng tá
LÊ SỸ THUYỀN

G.TÂM HÓA NGHIỆM XĂNG DẦU

Đường Sân bay-Khuong mai-Thanh xuân-Hà Nội
Tel: 040552917 Fax: 423006-441

PETROCONCEN

Add: 54/5 San bay Road Khuong mai Thanh xuân Hà Nội
Tel: 3530870-060552917

NG DẦU
NGHIỆM

TRUNG TÂM HÓA NGHIỆM XĂNG DẦU

Phòng thí nghiệm được Tổng cục Tiêu chuẩn - Đo lường - Chất lượng
công nhận theo quyết định số 68 VPCNCL-QĐ Ngày 01/07/97 phù hợp
theo TCVN 5958-1995(ISO/IEC GUIDE 25) mang Số hiệu VILAS 001

PHIẾU KẾT QUẢ PHÂN TÍCH NHIÊN LIỆU

mẫu, ký hiệu: HIỆN LIỆU DIESEL M1

Quy cách: /

số: 1497

Ngày lấy mẫu: /

chứa: Mẫu M1 (Parafin)

Đơn vị gửi mẫu: VIỆN HOA HỌC CÔNG NGHIỆP

số: 1426

HẠNG MỤC THỬ NGHIỆM	PHƯƠNG PHÁP THỬ NGHIỆM	KẾT QUẢ
Khối lượng riêng ở 15°C Kg/l		
Chỉ số Octan		
Hàm lượng TEC(g/Kg)		
Thành phần chưng cất. °C	<u>D2177</u>	
- Điểm sôi đầu		<u>238</u>
10%		<u>258</u>
20%		<u>263</u>
30%		<u>268</u>
40%		<u>274</u>
50%		<u>281</u>
60%		<u>289</u>
70%		<u>297</u>
80%		<u>308</u>
90%		<u>326</u>
96%		<u>353</u>
Tỷ số lot: g/l/100g		
Hàm lượng nhựa thực tế: mg/100ml		
Tạp chất cơ học và nước. %		
Nhiệt độ bắt đầu kết tinh. °C		
Hàm lượng Lưu huỳnh. %		
Áp suất hơi bão hòa mmHg		

chú: - Kết quả này chỉ có giá trị cho mẫu thử.

- Không được phép sao chụp nếu Giám đốc trung tâm chưa đồng ý.

phân tích xong: 14/10/98 Ngày cấp phiếu: 15/10/98

Giám đốc trung tâm

Phụ trách thí nghiệm



VILAS 001

Trưởng tá
LÊ SỸ THUYẾT

TRUNG TÂM HÓA NGHIỆM XĂNG DẦU

Đường Sân bay - Khương mai - Thanh xuân - Hà Nội

Tel: 06955281

Fax: 843906 142

PETROCONCENT

Add: 54/5 Sân bay Road Khương mai Thanh xuân Hà Nội

Tel: 8530872 - 06955281

Fax: 843906

NG DẦU
NGHIỆM

TRUNG TÂM HÓA NGHIỆM XĂNG DẦU

Phòng thí nghiệm được Tổng cục Tiêu chuẩn - Đo lường - Chất lượng
công nhận theo quyết định số 68.VPCNCL-QĐ Ngày 01/07/97 phù hợp
theo TCVN 5933-1995 (ISO/IEC GUIDE 25) mang Số hiệu VILAS 001

PHIẾU KẾT QUẢ PHÂN TÍCH NHIÊN LIỆU

mẫu, ký hiệu: Diệp M2
số: 1506
chứa: Mẫu M2 (Paraffin)

Quy cách:
Ngày lấy mẫu:
Đơn vị gửi mẫu: Văn phòng Công nghiệp

số 1438

T	HẠNG MỤC THÍ NGHIỆM	PHƯƠNG PHÁP THÍ NGHIỆM	KẾT QUẢ
	Khối lượng riêng ở 15°C Kg/l	D 12 9 8	0,8302
	Nhiệt độ chớp lửa 10°C, °C	D 9 3	141
	Độ nhớt động học ở 20°C, cst	D 4 4 5	24,5
	Thành phần chưng cất, °C		
	- Điểm sôi đầu	D 8 6	260
	10%		305
	20		322
	30		335
	40		345
	50		355
	60		354
	70		373
	80		374
	90		383
	96		385
	Trị số ior (g/l/100g)		
	Hàm lượng nhựa thực tế, mg/100ml		
	Tạp chất cơ học và nước, %		
	Nhiệt độ bắt đầu kết tinh, °C		
	Hàm lượng Lưu huỳnh, %		
	Áp suất hơi bão hòa (mmHg)		

Chú: - Kết quả này chỉ có giá trị cho mẫu thử.

- Không được phép sao chép, nếu Giám đốc trung tâm chưa đồng ý.

Phân tích xong: 23/10/98 Ngày cấp phiếu: 27/10/98

Giám đốc trung tâm



VILAS 001

Thương tá
LÊ SỸ THUYỀN

NG TÂM HÓA NGHIỆM XĂNG DẦU

5 Đường Sân bay - Khương mai - Thanh xuân - Hà Nội

Điện thoại: 04655531

Điện thoại: 04655531

PETROCONCEN

Địa chỉ: 54/5 Sân bay Road Khương mai Thanh xuân Hà Nội

Điện thoại: 04655531

Điện thoại: 04655531

NG DẦU
NGHIỆM

TRUNG TÂM HÓA NGHIỆM XĂNG DẦU

Phòng thí nghiệm được Tổng cục Tiêu chuẩn - Đo lường - Chất lượng
công nhận theo quyết định số 63-VPCNCL-QĐ Ngày 01/07/97 phù hợp
theo TCVN 5958-1993(ISO/IEC GUIDE 25) mang Số hiệu VILAS 001

PHIẾU KẾT QUẢ PHÂN TÍCH NHIÊN LIỆU

mẫu, ký hiệu: Diezen M3
số: 1507
chứa: Mẫu M3 (Paraffin)

Quy cách:
Ngày lấy mẫu:
Đơn vị gửi mẫu: Viện Lọc Hóa Công Nghiệp

số: 1439

HẠNG MỤC THÍ NGHIỆM	PHƯƠNG PHÁP THÍ NGHIỆM	KẾT QUẢ
Khối lượng riêng ở 15°C Kg/l	1	
Thành phần chung cất. °C		
- Điểm sôi đầu	D 86	268
10%		306
20		330
30		349
40		364
50		373
60		379
70		382
80		384
90		397
95		397
Trị số lot (g/l/100g)		
Hàm lượng nhựa thực tế. mg/100ml		
Tạp chất cơ học và nước. %		
Nhiệt độ bắt đầu kết tinh. °C		
Hàm lượng Lưu huỳnh. %		
Áp suất hơi bão hoà (mm.Hg)		

chú: - Kết quả này chỉ có giá trị cho mẫu thử.

- Không được phép sao chép nếu Giám đốc trung tâm chưa đồng ý.

phân tích xong: 27/10/98 Ngày cấp phiếu: 27/10/98

m đốc trung tâm



VILAS 001

Thượng tá
LÊ SỸ TRUYỀN

TRUNG TÂM HÓA NGHIỆM XĂNG DẦU

Đường Sân bay - Khương mai - Thanh xuân - Hà Nội
ĐT: 372 - 069552317

PETROCONCEN

Đd: 54/5 Sân bay Road Khương mai Thanh xuân Hà Nội
ĐT: 3530872 - 069552317

Kết quả phân tích hoá

Số TT	KHM	% P.O ₅	Số TT	KHM	% P.O ₅
1	2	3	1	2	3
1	T1	36.35	31	T31	5.24
2	T2	4.52	32	T32	8.31
3	T3	10.00	33	T33	14.50
4	T4	11.77	34	T34	26.76
5	T5	24.31	35	T35	34.03
6	T6	36.42	36	T36	4.71
7	T7	3.39	37	T37	6.35
8	T8	7.22	38	T38	13.04
9	T9	12.00	39	T39	23.34
10	T10	24.48	40	T40	35.44
11	T11	35.84	41	T41	6.51
12	T12	2.84	42	T42	6.65
13	T13	5.15	43	T43	14.44
14	T14	7.98	44	T44	25.64
15	T15	21.35	45	T45	2.68
16	T16	36.04	46	T46	38.10
17	T17	6.67	47	T47	4.92
18	T18	8.06	48	T48	10.60
19	T19	17.20	49	T49	24.22
20	T20	28.52	50	T50	2.29
21	T21	36.88	51	T51	38.27
22	T22	4.18	52	T52	5.00
23	T23	5.30	53	T53	13.22
24	T24	16.46	54	T54	25.58
25	T25	27.50	55	T55	3.96
26	T26	37.88	56	T56	38.10
27	T27	5.24	57	T57	5.86
28	T28	19.88	58	T58	15.38
29	T29	31.46	59	T59	28.82
30	T30	34.93	60	T60	15.77

1	2	3	1	2	3
61	T61	38.50	91	T91	15.85
62	T62	10.50	92	T92	36.27
63	T63	14.50	93	T93	4.58
64	T64	21.94	94	T94	8.54
65	T65	34.40	95	T95	14.50
66	T66	36.80	96	T96	23.16
67	T67	9.36	97	T97	36.27
68	T68	10.67	98	T98	4.39
69	T69	20.62	99	T99	7.95
70	T70	28.40	100	T100	13.38
71	T71	37.57	101	T101	22.16
72	T72	5.32	102	T102	38.80
73	T73	10.50	103	T103	6.82
74	T74	13.32	104	T104	13.59
75	T75	22.70	105	T105	18.14
76	T76	38.04	106	T106	30.21
77	T77	8.84	107	T107	36.27
78	T78	16.24	108	T108	4.58
79	T79	28.56	109	T109	35.07
80	T80	17.69	110	T110	4.43
81	T81	10.06	111	T111	34.35
82	T82	16.96	112	T112	4.39
83	T83	38.50	113	T113	34.21
84	T84	10.50	114	T114	4.14
85	T85	36.80	115	T115	38.80
86	T86	9.36	116	T116	6.82
87	T87	37.57	117	T117	37.75
88	T88	5.32	118	T118	6.64
89	T89	38.04	119	T119	15.80
90	T90	8.84	120	T120	16.75

1	121	T121	36.96	151	T151	13.29
2	122	T122	9.54	152	T152	11.57
3	123	T123	10.14	153	T153	16.91
4	124	T124	18.40	154	T154	5.73
5	125	T125	5.04	155	T155	24.05
6	126	T126	37.66	156	T156	35.97
7	127	T127	14.44	157	T157	8.40
8	128	T128	12.70	158	T158	8.40
9	129	T129	21.61	159	T159	15.84
10	130	T130	4.65	160	T160	3.99
11	131	T131	36.73	161	T161	34.66
12	132	T132	15.35	162	T162	4.72
13	133	T133	10.67	163	T163	13.94
14	134	T134	21.24	164	T164	7.89
15	135	T135	4.15	165	T165	12.84
16	136	T136	16.11	166	T166	21.94
17	137	T137	15.77	167	T167	34.78
18	138	T138	15.65	168	T168	4.10
19	139	T139	15.98	169	T169	7.50
20	140	T140	37.73	170	T170	6.54
21	141	T141	14.17	171	T171	12.19
22	142	T142	14.80	172	T172	20.83
23	143	T143	27.06	173	T173	15.80
24	144	T144	4.73	174	T174	15.78
25	145	T145	38.27	175	T175	35.44
26	146	T146	16.78	176	T176	5.53
27	147	T147	14.32	177	T177	7.17
28	148	T148	26.57	178	T178	9.25
29	149	T149	6.03	179	T179	13.51
30	150	T150	37.11	180	T180	23.09

1	2	3	1	2	3
181	T181	15,64	211	T211	5,40
182	T182	36,04	212	T212	7,53
183	T183	5,27	213	T213	10,03
184	T184	8,75	214	T214	15,31
185	T185	9,61	215	T215	27,42
186	T186	15,92	216	T216	15,80
187	T187	26,41	217	T217	35,59
188	T188	15,67	218	T218	4,92
189	T189	35,52	219	T219	7,41
190	T190	5,61	220	T220	7,64
191	T191	10,15	221	T221	15,30
192	T192	10,76	222	T222	21,26
193	T193	19,29	223	T223	15,68
194	T194	23,75	224	T224	36,12
195	T195	15,66	225	T225	5,32
196	T196	36,12	226	T226	7,83
197	T197	5,25	227	T227	9,34
198	T198	9,09	228	T228	14,48
199	T199	11,60	229	T229	20,69
200	T200	16,35	230	T230	15,85
201	T201	27,04	231	T231	34,58
202	T202	15,87	232	T232	6,73
203	T203	35,60	233	T233	8,25
204	T204	5,40	234	T234	10,53
205	T205	9,20	235	T235	15,03
206	T206	9,54	236	T236	23,15
207	T207	16,57	237	T237	15,87
208	T208	23,27	238	T238	34,72
209	T209	15,73	239	T239	5,53
210	T210	36,12	240	T240	7,70

1	2	3	1	2	3
241	T241	9,66	271	T271	6,17
242	T242	15,86	272	T272	6,97
243	T243	22,62	273	T273	33,33
244	T244	15,65	274	T274	5,63
245	T245	14,24	275	T275	32,68
246	T246	13,96	276	T276	5,66
247	T247	14,56	277	T277	31,98
248	T248	13,58	278	T278	9,52
249	T249	13,48	279	T279	31,44
250	T250	13,67	280	T280	9,05
251	T251	13,42	281	T281	33,50
252	T252	13,99	282	T282	6,50
253	T253	14,66	283	T283	35,00
254	T254	16,27	284	T284	7,84
255	T255	14,97	285	T285	34,02
256	T256	15,85	286	T286	6,55
257	T257	28,10	287	T287	35,12
258	T258	29,28	288	T288	8,07
259	T259	34,43	289	T289	33,48
260	T260	32,35	290	T290	6,43
261	T261	15,00	291	T291	34,85
262	T262	10,37	292	T292	6,85
263	T263	5,81	293	T293	36,67
264	T264	9,02	294	T294	6,17
265	T265	28,18	295	T295	35,64
266	T266	29,62	296	T296	7,67
267	T267	34,32	297	T297	32,74
268	T268	33,41	298	T298	5,96
269	T269	12,02	299	T299	34,17
270	T270	6,38	300	T300	5,32

KẾT QUẢ ĐO KHÍ

Địa điểm đo: Phòng thí nghiệm của Phòng Chất hoạt động bề mặt

Thời gian đo: 10h15-12h00 ngày 17/12/1998

Thiết bị đo: Máy đo khí tự động Multiwarn II (Drager- Đức)

Thông số đo: NO₂, CO, SO₂

Kết quả:

1. Vị trí máy đo sát với miệng ống nhựa:

- NO₂: vết
- CO: quá ngưỡng
- SO₂: quá ngưỡng

2. Vị trí máy đo cách miệng ống nhựa 10 cm:

- NO₂: KPH
- CO: 64-152 mg/m³
- SO₂: 0,4-1 mg/m³

3. Vị trí máy đo cách xa miệng ống nhựa 5m (các cửa đóng kín):

- NO₂: KPH
- CO: 4 mg/m³
- SO₂: KPH

4. Vị trí máy đo cách xa miệng ống nhựa 5m (mở cửa):

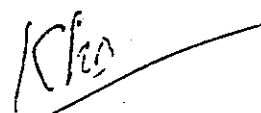
- NO₂: KPH
- CO: 2 mg/m³
- SO₂: KPH

Tiêu chuẩn không khí xung quanh (TCVN5937-1995)

(mg/m ³)				
TT	Thông số	Trung bình 1 giờ	Trung bình 8 giờ	Trung bình 24 giờ
1	CO	40	10	5
2	NO ₂	0,4	-	0,1
3	SO ₂	0,5	-	0,3

Hà nội, ngày 24/12/1998

Người đo



Bùi Ngọc Khoa

Số: 342/VHH-KH
V/v Thành lập Hội đồng nghiệm thu
cơ sở đề tài cấp TCT

Hà nội, ngày 29 / 12 / 1998

VIỆN TRƯỞNG VIỆN HOÁ HỌC CÔNG NGHIỆP

- Căn cứ vào chức năng nhiệm vụ của Viện.
- Căn cứ Hợp đồng nghiên cứu khoa học và phát triển công nghệ số 318 HĐ/KT ngày 03/12/1998 giữa Tổng công ty HCVN và Viện HHCN.
- Theo đề nghị của Trưởng phòng KH - TT Viện.

QUYẾT ĐỊNH

Điều 1: Thành lập Hội đồng nghiệm thu cơ sở cho đề tài cấp Tổng công ty:
Nghiên cứu chế tạo thuốc tẩy DPO-93 trực tiếp từ nguyên liệu Parafin lỏng thay thế nguyên liệu dầu DO.

Gồm những thành viên sau:

- | | |
|--------------------------|---------------------|
| 1. GS.TS. Mai Tuyên | - Chủ tịch HĐ |
| 2. GS.TS. Hồ quý Đạo | - Ủy viên |
| 3. PTS. Trương đình Thạc | - Ủy viên phản biện |
| 4. PTS. Mai ngọc Chúc | - Ủy viên |
| 5. PTS. Ngô mạnh Hoài | - Ủy viên |
| 6. PTS. Trần hữu Hoan | - Ủy viên |
| 7. KS. Nguyễn tiến Hưng | - Ủy viên thư ký |

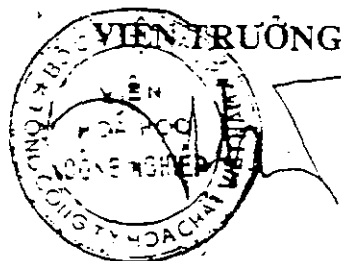
Điều 2: Nhiệm vụ của Hội đồng là xem xét, đánh giá kết quả nghiên cứu của đề tài trên.

Điều 3: Đơn vị chủ trì và chủ nhiệm đề tài có trách nhiệm cung cấp các tài liệu cần thiết và tạo mọi điều kiện để Hội đồng làm việc thuận lợi.

Điều 4: Các phòng chức năng, Phòng CHĐBM và các Ủy viên Hội đồng chiếu quyết định thi hành.

Nơi nhận:

- Các thành viên HĐ
- P.CHĐBM
- P.KH.P.TV, Lưu VT



357 m. Mai Tuyên

Hà nội, ngày 2 tháng 1 năm 1999

BIÊN BẢN
HỘI ĐỒNG KHCN CẤP CƠ SỞ

Nghiệm thu đề tài : "*Nghiên cứu chế tạo thuốc tuyến DPO-93 trực tiếp từ nguyên liệu Parafin lỏng thay thế nguyên liệu dầu DO*"

Phần I . Phần thủ tục .

1. Quyết định thành lập Hội đồng : Số 342/VHH-KH ngày 29/12/98
2. Ngày họp : 02/01/1999
3. Địa điểm họp : Viện Hoá học công nghiệp
4. Thành phần tham dự :
 - Chủ tịch Hội đồng : GS.TS Mai Tuyên
 - Thành viên hội đồng : Có mặt đầy đủ
 - Khách mời : + PTS. Trần hữu Bưu - Chủ nhiệm đề tài KC-06-01
 - + KS. Nguyễn thị Minh - Công ty Mỏ INCODEMIC

Phần II . Phần thảo luận

- Hội đồng đã nghe chủ nhiệm đề tài - KS. Bùi đăng Học báo cáo quá trình nghiên cứu và các kết quả đạt được của đề tài gồm những nội dung chủ yếu sau:

1. Khảo sát các nguồn nguyên liệu chào hàng tại Việt nam, phân tích thành phần, lựa chọn phân đoạn Parafin thích hợp để chế tạo thuốc tuyến DPO-93.
2. Nghiên cứu ảnh hưởng của các thông số kỹ thuật (nhiệt độ, thời gian, tốc độ sục khí, nồng độ xúc tác) tới hiệu suất phản ứng oxyhoá, từ đó xác định được các thông số hợp lý cho quá trình oxyhoá Parafin.
3. Nghiên cứu trong phòng thí nghiệm, đánh giá khả năng tuyến nổi của thuốc tuyến chế tạo từ Parafin có sẵn trên thị trường.

- Ủy viên phản biện - PTS. Trương đình Thạc đọc bản nhận xét.

- Các Thành viên Hội đồng đã chất vấn và thảo luận xoay quanh các nội dung sau:

1. Vai trò của xúc tác trong phản ứng oxyhoá Parafin; cơ chế của phản ứng; mục tiêu của quá trình oxyhoá (chuyển hoá Parafin thành axit béo hoàn toàn hay một phần); các biện pháp để khống chế phản ứng oxyhoá.
2. So sánh giữa Parafin mua trên thị trường và Parafin tách ra bằng phương pháp sunfohoá dầu DO về các mặt: chỉ tiêu kỹ thuật oxyhoá (nhiệt độ, thời gian); chỉ tiêu tiêu hao nguyên liệu; hiệu suất của quá trình; giá thành sản phẩm và mức độ ảnh hưởng tới môi trường.
3. Phương pháp phân tích nguyên liệu và xác định hoạt chất của thuốc tuyến. Sự khác nhau giữa thử tuyến vòng hở và vòng kín.

4. Trong tương lai Việt nam sẽ có Parafin (sản phẩm của ngành lọc dầu), có thể sử dụng Parafin đó để sản xuất thuốc tuyển được không? với các phân đoạn Parafin khác nhau thì chế độ oxyhoá thay đổi thế nào và có ảnh hưởng gì tới chất lượng của thuốc tuyển?

- Chủ nhiệm đề tài và các cộng tác viên đã trả lời các câu hỏi và trình bày rõ thêm các nội dung đã nghiên cứu theo yêu cầu của Hội đồng.

Phân III . Kết luận của Chủ tịch Hội đồng

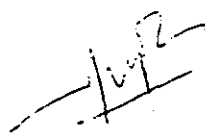
1. Đề tài đã hoàn thành nội dung theo đúng mục tiêu và tiến độ.
2. Đã khảo sát thị trường, phân tích thành phần tìm được 4 mẫu Parafin lỏng có thành phần phân đoạn hydrocacbon gần với Parafin lỏng tách từ dầu DO.
3. Đã thí nghiệm oxyhoá sơ bộ 4 mẫu Parafin trên, phân tích và lựa chọn được 1 mẫu (M_2). Nghiên cứu ảnh hưởng của các thông số kỹ thuật đến hiệu quả của quá trình oxy hoá mẫu M_2 , rút ra được các chế độ kỹ thuật hợp lý để oxyhoá mẫu M_2 .
4. Sản phẩm DO-93A chế tạo từ mẫu M_2 đã được phân tích hoá lý và xác định phân bố cacbon cho kết quả gần giống với DO-93 chế tạo từ dầu DO.
5. DO-93A sau khi phối chế với PO-93 thành DPO-93A đã được nghiên cứu tuyển thử vòng hồ trong phòng thí nghiệm tại công ty Mỏ- INCODEMIC đối với quặng Apatit loại III Laocai cho kết quả tương đương với DPO-93 (chế tạo từ dầu DO).
6. Hội đồng nhất trí với ý kiến của đại diện Công ty Mỏ là cần phải tuyển thử vòng kín trong PTN để sơ bộ xác định các thông số công nghệ tuyển trước khi đưa tuyển thử trên dây chuyền Pilot ở Nhà máy tuyển.

Phân IV . Phân bổ phiếu xếp loại

Số thành viên Hội đồng bỏ phiếu:	7/7
Xuất sắc:	4/7
Khá:	3/7
Đạt:	

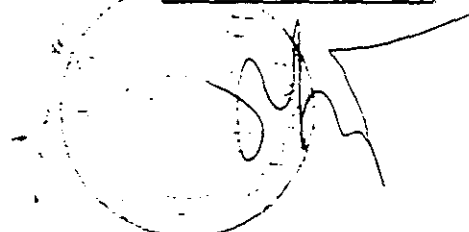
Xếp loại: Xuất sắc

Thư ký Hội đồng



Nguyễn tiến Hưng

Chủ tịch Hội đồng



GS.TS. Mai tuyên

BẢN NHẬN XÉT ĐỀ TÀI:

Nghiên cứu chế tạo thuốc tập hợp hữu cơ dạng DPO-93 để tuyển nổi quặng Apatit loại III Lào cai Từ nguyên liệu parafin lỏng thay thế cho nguyên liệu parafin tách ra từ dầu DIEZEN.

1. Thuốc tuyển quặng apatit loại III Lào cai DPO-93 gồm hai thành phần chính là DO-93 và PO-93 được phối chế với nhau theo tỷ lệ $DO/PO \approx 60/40\%$ trọng lượng.

PO-93 là sản phẩm của quá trình xà phòng hoá dầu thực vật được phối trộn thêm phụ gia để tăng cường tính chọn lọc.

DO-93A là chế phẩm của hỗn hợp các axit và sản phẩm hữu cơ chứa oxy khác được tạo thành trong quá trình oxy hoá parafin lỏng có điểm sôi khoảng $260 \div 385$ (Mẫu M_2) cùng phối chế thêm các phụ gia.

Trước đây phân đoạn parafin lỏng có điểm sôi $202 \div 387$ được các tác giả tách ra từ dầu DO. Phương pháp này có nhược điểm là phải sử lý lượng thải rất lớn (5,5 tấn / 1 tấn sản phẩm).

Mục tiêu của đề tài là nghiên cứu quy trình công nghệ sản xuất thuốc tập hợp DO-93A bằng phương pháp oxy hoá trực tiếp parafin lỏng tương đương với phân đoạn parafin tách ra từ dầu DO.

2. Các tác giả đã khảo sát các nguồn nguyên liệu được các công ty chào hàng , phân tích thành phần hydrocarbon trong các mẫu parafin lỏng và đã xác định được 4 mẫu nguyên liệu parafin lỏng có thành phần phân đoạn Hydrocarbon tương tự phân đoạn parafin tách ra từ dầu DO là M_1 , M_2 , M_3 , M_4 .

Sau khi nghiên cứu sơ bộ về phản ứng oxy hoá cả 4 mẫu, so sánh thành phần hydrocacbon trong parafin, thấy mẫu M₂ có các chỉ tiêu tương tự sản phẩm DO - 93.

Các tác giả đã nghiên cứu các thông số tối ưu cho quá trình oxy hoá mẫu M₂:

Nhiệt độ phản ứng:	150 °C
Vận tốc không khí:	100 l/giờ
Xúc tác:	0.1%
Tỷ lệ parafin lỏng / parafin thu hồi:	1 ÷ 1,25
Thời gian phản ứng:	3,5 ÷ 4,5 giờ

Các chỉ tiêu sản phẩm oxy đạt

Chỉ số axit	45 ÷ 50 mg KOH/ g
Chỉ số este	50 ÷ 85 mg KOH/g

Hàm lượng hoạt chất của DO-93A là:

45 ÷ 50 %.

Chỉ số axit phần hoạt chất 100 ÷ 120 mg KOH/ g.

- Các tác giả đã đề xuất quy trình công nghệ sản xuất thuốc tập hợp DO-93A.

Đưa ra định mức tiêu hao nguyên liệu cho 1 tấn sản phẩm DO-93A (100% hoạt chất):

Parafin lỏng	1.3 tấn
H ₂ SO ₄ 96%	0.2 tấn
NaOH	0,42 tấn
Xúc tác	10 kg

3. Sơ bộ thử nghiệm tuyển nổi quặng apatit Lao cai trong phòng thí nghiệm:

Về thu hoạch và thực thu quặng tinh thuốc DPO-93A cho kết quả cao hơn DPO-93.

Hàm lượng P_2O_5 còn lại trong đuôi thải khi tuyển với DPO-93A thấp hơn thuốc DPO-93 trước đây.

Tuy ở mức độ nghiên cứu tuyển vòng hở bước đầu nhận thấy thuốc tuyển DPO-93A và DPO-93 có tính khả tuyển tương đương.

Một số điều cần sửa chữa:

Không nên đưa phần cơ chế dài dòng; khi đã đưa thì nên chú trọng vào cơ chế phản ứng gốc có xúc tác (phản ứng các tác giả nghiên cứu).

Nên giải thích các hiện tượng giảm thời gian phản ứng và giảm nhiệt độ phản ứng so với parafin tách từ dầu DO.

Nên đưa thêm phổ SKK và phổ IP² vào phụ lục.

Tuy có một số sai sót nhỏ nhưng các tác giả đã tiến hành để tài trong một thời gian ngắn và đã đạt được các kết quả khả quan.

Đề nghị cho áp dụng vào dự án T sản xuất ở quy mô bán công nghiệp để ổn định các thông số kỹ thuật, công nghệ.

Đề nghị cho thử nghiệm thêm DPO-93A trên vòng kín ở phòng thí nghiệm và trên phòng tuyển của mỏ apatit.

Người nhận xét

P.T.S. Trương Đình Thạc

PHỤ LỤC 3

Cơ quan chủ trì đề tài:

VIỆN HOÁ HỌC CÔNG NGHIỆP - TỔNG CÔNG TY HOÁ CHẤT VIỆT NAM

NHỮNG NGƯỜI THAM GIA CHÍNH TRONG ĐỀ TÀI

- | | | |
|--------------------|----------------------|--|
| 1. Lê Thị Hoa | KS, Chủ nhiệm đề tài | - Phòng CHĐBM, Viện hoá học công nghiệp. |
| 2. Hà Văn Vội | KS, Trưởng phòng | - Phòng CHĐBM, Viện hoá học công nghiệp |
| 3. Bùi Đăng Học | KS, NCV | - Phòng CHĐBM, Viện hoá học công nghiệp |
| 4. Nguyễn Hoài Văn | KS, NCV | - Phòng CHĐBM, Viện hoá học công nghiệp |

Đề tài xin cảm ơn các đồng chí trong Ban lãnh đạo Tổng công ty, Ban kỹ thuật- Tổng công ty Hoá chất Việt Nam, Phòng tuyển khoáng thuộc công ty mỏ INCODEMIC, Ban giám đốc, Hội đồng KHCN, Các phòng nghiệp vụ Viện Hoá học công nghiệp đã quan tâm, tạo mọi điều kiện thuận lợi để đề tài hoàn thành nhiệm vụ nghiên cứu đúng tiến độ.

MỤC LỤC.

MỤC LỤC.....	4
I. Đặt vấn đề:	5
II. Mục tiêu và nội dung đề tài:	5
1. Mục tiêu:.....	5
2. Nội dung đề tài:	5
III. Giới thiệu sản phẩm PO-93	5
1. Đặc điểm chung của dầu thực vật (Dầu lạc). dùng để sản xuất thuốc PO-93: ..	6
2. Dầu lạc:.....	6
3. Các công đoạn sản xuất PO-93:.....	7
4. Sơ đồ tổng hợp PO-93 trong phòng thí nghiệm:.....	8
5. Các chỉ tiêu kỹ thuật của sản phẩm PO-93.....	8
6. Những phương pháp phân tích các chỉ số cơ bản trong quá trình sản xuất PO-93	9
7 . Kết quả nghiên cứu.....	10
8. Chỉ tiêu nguyên liệu sản xuất PO-93 (cho 100 Kg sản phẩm 100%)	10
IV. Kết luận :	17

I. ĐẶT VẤN ĐỀ:

Thuốc tập hợp PO-93 do Viện Hoá học công nghiệp chế tạo dùng để tuyển nổi quặng Apatit loại III Lào Cai khi đưa vào sử dụng với tỉ lệ DO:PO=3:2. Riêng thuốc PO-93, khi pha thuốc dùng để tuyển phải dùng nước nóng > 90°C, điều này gây rất nhiều khó khăn trong quá trình sản xuất. Vì vậy, mục tiêu của đề tài là nghiên cứu xác định được quy trình sản xuất PO-93 khi pha thuốc dùng để tuyển không cần dùng nước nóng, dùng nước công nghiệp bình thường mà chất lượng sản phẩm không thay đổi.

II. MỤC TIÊU VÀ NỘI DUNG ĐỀ TÀI:

1. Mục tiêu:

Nghiên cứu đưa ra được qui trình sản xuất thuốc PO-93 ổn định, đảm bảo chất lượng sản phẩm, đưa ra sử dụng trong tuyển quặng, không phải dùng nước nóng để pha mà dùng nước công nghiệp bình thường.

2. Nội dung đề tài:

Dựa vào đặc tính của sản phẩm chọn hướng nghiên cứu, tính tan như: bổ sung vào phụ gia các chất vừa có tính phân li tốt trong nước, vừa mang tính chất phân tán và đè chìm để có thể đưa sản phẩm thương phẩm có chứa hoạt chất chính ở dạng % hay là để sản phẩm có chứa hoạt chất chính tách biệt với phụ gia, khi đưa ra sử dụng thì phối trộn.

- Làm thí nghiệm để lấy kết quả thử ở phòng thí nghiệm với máy tuyển có dung tích 250ml và đối chứng với thuốc Thụy Điển.
- Cuối cùng đưa ra được quy trình công nghệ sản xuất ổn định có khả năng áp dụng vào thực tế sản xuất.

III. GIỚI THIỆU SẢN PHẨM PO-93

PO-93 là chế phẩm của quá trình xà phòng hóa dầu thực vật được phối trộn thêm phụ gia để tăng cường tính chọn lọc, PO-93 có các chỉ tiêu thương phẩm sau:

- Dạng sản phẩm : Hơi đặc màu vàng sáng
- Hàm lượng hoạt chất : 26%
- Chỉ số axit mg.KOH/g > 100

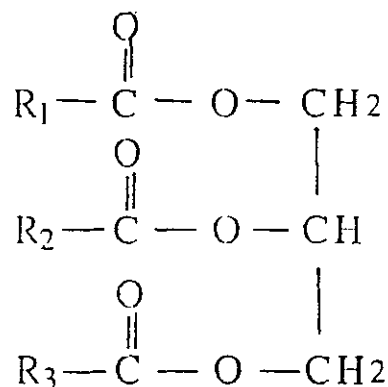
PO-93 được điều chế theo qui trình công nghệ gồm các công đoạn chính sau:

1. Tạo axit béo từ dầu thực vật
2. Tách rửa axit béo
3. Tổng hợp phụ gia
4. Phối chế sản phẩm thành sản phẩm thương phẩm.

1. Đặc điểm chung của dầu thực vật (Dầu lạc) dùng để sản xuất thuốc PO-93:

Dầu thực vật là hợp chất este của glixêrin với AXB. Trong thành phần của dầu thực vật thì các este tồn tại chủ yếu ở dạng triglixêrit ngoài hợp chất này trong thành phần của chúng còn có các hợp chất khác như diglyxêrit, monoglyxerit, photpholipít, steróit, AXB tự do..

Công thức cấu tạo chung của triglixêrit là:



Trong đó, $\text{R}_1, \text{R}_2, \text{R}_3$ là những gốc hydrocacbon có thể giống hoặc khác nhau. Các AXB có thể có trong dầu thực vật có số nguyên tử cacbon từ 4 – 30 và hiện nay chỉ tìm được các AXB có số nguyên tử cacbon chẵn. Các loại axit như stearic, linôléic, pamectic hầu như có mặt trong tất cả các loại dầu thực vật.

Về mặt lí tính, mạch AXB càng dài và càng no thì nhiệt độ nóng chảy của triglixêrit càng cao. Những axit có độ dài mạch cacbon bằng nhau, axit nào có chứa nhiều nối kép thì càng có nhiệt độ nóng chảy thấp.

2. Dầu lạc:

Lạc là cây cho dầu ngắn ngày được trồng nhiều ở nước ta như ở Nghệ An- Thanh Hoá, Tây Nguyên, Long An... Dầu lạc được ép từ hạt có tỉ lệ dầu/hạt= 35-40%

Dầu lạc tinh chế có màu vàng nhạt đến nâu sẫm. Dầu lạc thuộc nhóm bán khô (có chỉ số iốt tối đa 105)

Thành phần chính của dầu lạc:

Axit Oleic % 53-72

Axit Linoleic % 13-38

Axit Panmitic % 6-10

Axit Arachidic % 3-5

Một số chỉ tiêu:

Chỉ số axit (CSA) mg KOH/g 1-5

Chỉ số iốt (CSI) mg KOH/g 85-105

Chỉ số xà phòng hoá (CSX) mg KOH/g 185-190

Các phương pháp chủ yếu để đánh giá các chỉ tiêu cơ bản của dầu thực vật:

Xác định CSA theo tiêu chuẩn VN TCVN 2639-78

Xác định CSX theo tiêu chuẩn VN TCVN 2633-78

Xác định CSI theo tiêu chuẩn VN TCVN 2634-78

Các dầu thực vật được phân theo nhóm (Phân theo khả năng khô theo CSI)

Dầu lạc thuộc nhóm bán khô (CSI 85-105)

3. Các công đoạn sản xuất PO-93:

Xà phòng hoá dầu thực vật tạo ra AXB:

1) Chỉ số xà phòng hoá dầu lạc 185 mg KOH/g

Từ đó ta tính được lượng NaOH cần để xà phòng hoá 100g dầu là:

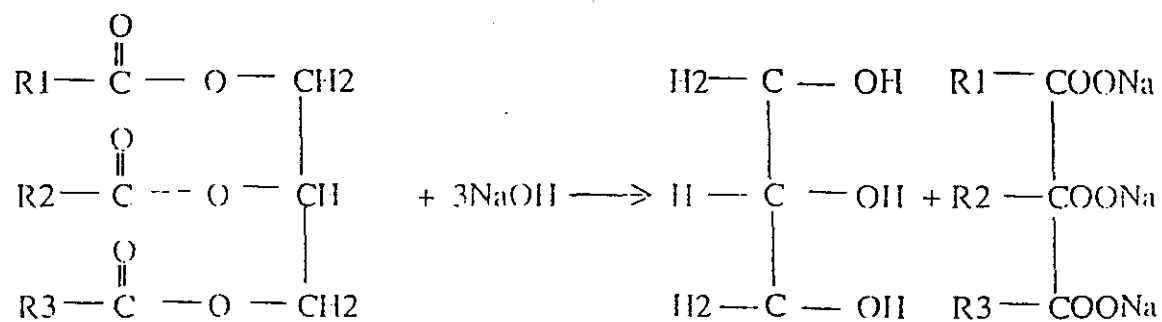
$$(0,185:56,1) \times 40 \times 100 = 13,171 \text{ gam}$$

Để xà phòng hóa thực hiện được hoàn toàn nên lấy dư kiểm theo tỉ lệ Dầu:

NaOH=1:3,8. Do đó thực tế, lượng NaOH cần là: 17 gam

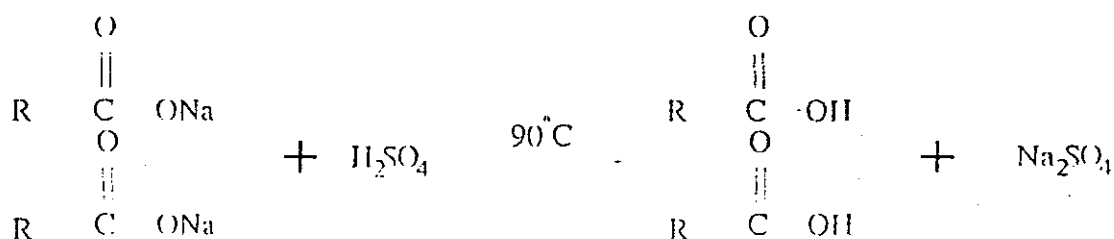
Cho một lượng dầu lạc và NaOH đã tính toán như trên vào nồi phản ứng có cánh khuấy và gia nhiệt $t^{\circ} \approx 90^{\circ}\text{C}$ phản ứng liên tục cho đến khi phân tích thấy chỉ số axit của AXB > 195 thì ngừng phản ứng để tách lấy AXB của dầu lạc.

Theo phương pháp cổ điển, thời gian xà phòng hoá ≈ 40 giờ



2). Tách và rửa AXB

Dùng H_2SO_4 20% theo tỉ lệ 1:0,6



Lượng H_2SO_4 sử dụng phụ thuộc vào lượng NaOH để sử dụng theo tỉ lệ $\text{NaOH}:\text{H}_2\text{SO}_4$ là 1:0,6. Từ đó suy ra lượng H_2SO_4 20% cần thiết để tách AXB từ dầu lạc khoảng 55 ml. AXB sau khi đã tách hoàn toàn được rửa bằng nước công nghiệp cho đến khi $\text{pH}=7$. Ở nhiệt độ bình thường AXB dầu lạc ở dạng lỏng có hai lớp, lớp trên lỏng, lớp dưới tủa trắng.

Đánh giá AXB thu được bằng phương pháp chụp phổ hồng ngoại, kết quả cho thấy:

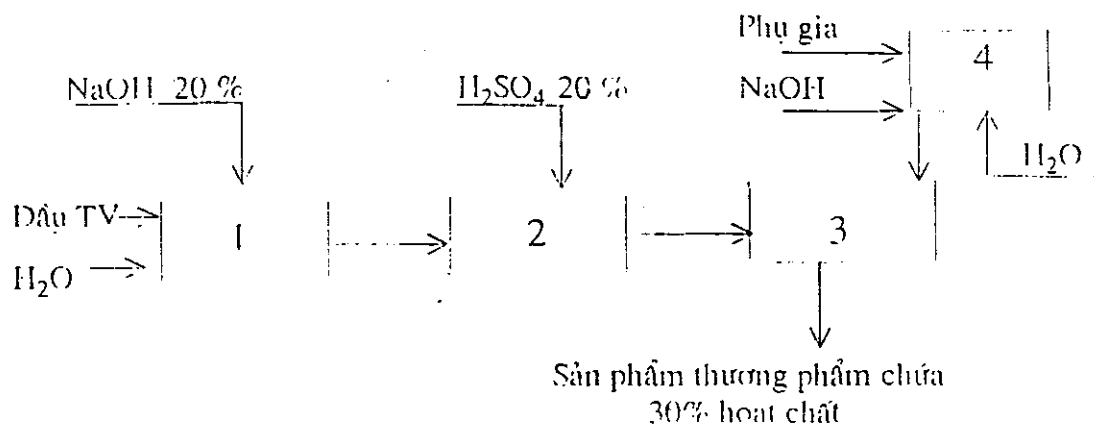
- Ở vùng 1720-1750 có dao động hoá trị của nhóm ($\text{C}=\text{O}$)
- Ở vùng 2800-3000 có dao động hóa trị của nhóm ($\text{O}-\text{H}$)
- Ở vùng 940 có dao động hoá trị của nhóm ($\text{C}-\text{O}$)

3) Tổng hợp phụ gia:

Các loại phụ gia được khuấy trộn trong thiết bị có cánh khuấy để tạo thành chất đồng nhất.

4) Phối chế thành sản phẩm thương phẩm:

4. Sơ đồ tổng hợp PO-93 trong phòng thí nghiệm:



1. Thiết bị xà phòng hoá.
2. Thiết bị tách rửa AXB.
3. Thiết bị tiêu chuẩn hoá sản phẩm.
4. thiết bị tổng hợp phụ gia .

5. Các chỉ tiêu kỹ thuật của sản phẩm PO-93

- Màu sắc sản phẩm: vàng sáng hơi đông đặc
- Hàm lượng hoạt chất 26 %
- Chỉ số axit mgKOH/g >190

6. Những phương pháp phân tích các chỉ số cơ bản trong quá trình sản xuất PO-93

a. Chỉ số axit:

Hoá chất:

1. Rượu etilic 45°C
2. Dung dịch KOH trong rượu
3. Phenolphthalein
4. Este

Cách làm:

Cân chất gần 5 g lấy chính xác 0.0002 g, hoà tan vào 50 ml hỗn hợp 95% rượu và este theo tỉ lệ thể tích 1:1. Nếu chất để bình thường không tan thì phải đun cách thủy có sinh hàn bóng cho đến khi chất tan hoàn toàn. Sau đó cho vào dung dịch

ml Phenolphthalein và chuẩn bằng dung dịch KOH 0,1 N trong cồn cho đến khi xuất hiện màu hồng bền màu trong 30 giây.

$$CSA = \frac{V \times 5.61}{g}$$

Trong đó:

v: Lượng KOH 0,1N tiêu tốn để chuẩn mẫu (ml)

g: Trọng lượng chất (gam)

b. Chỉ số xà phòng hoá:

Hoá chất:

1. Dung dịch KOH 0,5N trong rượu
2. Dung dịch HCl 0,5 N
3. Phenolphthalein

Cách làm:

Cân khoảng 1-2 g chất chính xác 0,0002 g cho vào bình có dung tích 250 ml rồi cho vào đó 25 ml KOH 0,5 N pha trong rượu. Nối bình với sinh hàn hồi lưu đun cách thuỷ 1-1,5 giờ khi thấy dung dịch trong suốt không còn giọt dầu là được. Ngừng đun cho vào đó 1 ml dung dịch phenolphthalein và chuẩn bằng dung dịch HCl 0,5 N cho đến khi mất màu. Làm mẫu trắng song song.

$$CSX = \frac{(V_1 - V_2) \cdot 28.05}{g}$$

V₁: Lượng HCl 0,5 N tiêu tốn để chuẩn mẫu trắng (ml)

V₂: Lượng HCl 0,5 N tiêu tốn để chuẩn mẫu có chất (ml)

g : Trọng lượng chất (gam)

7. Kết quả nghiên cứu.

Sau khi tham khảo tài liệu, chúng tôi đã tìm được chất có tính phân li tốt trong nước lại mang tính chất điều chỉnh môi trường. Đặc biệt, trong thuốc PO không bị làm đông đặc hỗn hợp để khi sử dụng phải dùng nước nóng pha: đó là KOH. Chúng tôi làm các thí nghiệm để tạo mẫu thử tuyển trên máy có dung tích 250ml. Hai mẫu thuốc có tên sau:

DP0 93A1 - Sản phẩm chứa 100% hoạt chất. Phụ gia để riêng biệt khi đưa ra sử dụng nơi phối trộn. Nếu phương án này thử được tốt thì sẽ mang lại hiệu quả kinh tế về:

- Giảm được lượng lớn bao bì chứa sản phẩm
- Tiềm công vận chuyển

DP0 93A2 - Sản phẩm chứa 30% hoạt chất.

Chúng tôi đã gửi 2 mẫu này sang Phòng Tuyển Khoáng thuộc công ty Mỏ để đánh giá kết quả xem các số liệu kết quả từ bảng 1 trở đi.

Qui trình công nghệ thực hiện như sau:

Trước hết tách axit béo từ dầu thực vật. Chỉ số axit của axit béo phải > 190 và được rửa sạch đến trung tính. Các phụ gia được khuấy trộn đều , sau đó cho NaOH và KOH 20% vào. Nhiệt độ khoảng 80°C sau khi đã thành một khối đồng nhất, cho từ từ axit béo vào khuấy khoảng 2h là được. Tính toán cho đủ để đưa sản phẩm thương phẩm chứa 30% hoạt chất.

8. Chỉ tiêu nguyên liệu sản xuất PO-93 (cho 100 Kg sản phẩm 100%)

TT	Trước cải tiến tính tan		TT	Sau cải tiến tính tan	
1	Dầu thực vật	120Kg	1	Dầu thực vật	120Kg
2	H ₂ SO ₄ 95%	30 Kg	2	H ₂ SO ₄ 95%	30 Kg
3	NaOH 100%	34 Kg	3	NaOH 100%	23,5 Kg
			4	KOH 100%	10,5 Kg
4	Phụ gia các loại	2,1 Kg	5	Phụ gia các loại	2,1 Kg
5	NaCl	30Kg	6	NaCl	30Kg
6	Hàm lượng hoạt chất của sản phẩm	26%	7	Hàm lượng hoạt chất của sản phẩm	30%
7	Tan trong nước nóng		8	Tan trong nước ở nhiệt độ thường	

Bảng 1 :

Kết quả tuyển vòng thử xác định loại thuốc tuyển .

(cố định chi phí tuyển tính lỏng = 1000 g/t , soda = 500 g/t,

thuốc tập hợp = 400 g/t.)

PO-93A1 : sản phẩm chứa 100 % hoạt chất phụ gia để riêng.

PO-93A2 : sản phẩm chứa 30 % hoạt chất.

Số TN	Thực thu	Thu hoạch γ (%)	Hàm lượng β (%) P_2O_5	Thực thu ϵ (%)	Loại thuốc tập hợp
12	Tinh quặng	22.96	34.08	49.06	DO - 93 A1 + PO - 93 A1
	Trung gian 1	15.46	14.49	14.04	
	Trung gian 2	9.54	21.52	12.87	
	Tuyển vết	3.66	10.46	2.40	
	Đuôi	48.38	7.13	21.63	
	Cộng	100.00	15.95	100.00	
13	Tinh quặng	23.84	33.98	50.85	DO - 93 A1 + PO - 93 A2
	Trung gian 1	15.61	14.81	14.51	
	Trung gian 2	9.19	20.13	11.61	
	Tuyển vết	2.81	10.41	1.84	
	Đuôi	48.55	6.95	21.19	
	Cộng	100.00	15.93	100.00	
14	Tinh quặng	27.23	34.65	58.93	DO - 93 A2 + PO - 93 A1
	Trung gian 1	15.16	15.63	14.80	
	Trung gian 2	9.37	21.19	12.40	
	Tuyển vết	2.90	9.63	1.74	
	Đuôi	45.34	4.29	12.13	
	Cộng	100.00	16.01	100.00	
15	Tinh quặng	29.40	35.64	65.45	DO - 93 A2 + PO - 93 A2
	Trung gian 1	14.22	14.29	12.69	
	Trung gian 2	8.91	22.87	12.73	
	Tuyển vết	2.33	8.71	1.27	
	Đuôi	45.14	2.79	7.86	
	Cộng	100.00	16.01	100.00	
16	Tinh quặng	26.53	34.46	57.61	DO - 93 A3 + PO - 93 A1
	Trung gian 1	15.81	15.17	15.11	
	Trung gian 2	9.74	21.10	12.95	
	Tuyển vết	3.12	9.54	1.88	
	Đuôi	44.80	4.41	12.45	
	Cộng	100.00	15.87	100.00	

BÁO CÁO KẾT QUẢ NGHIÊN CỨU

17	Tính quặng	27.75	33.79	58.78	DO - 93 A3 + PO - 93 A2
	Trung gian 1	15.56	15.92	15.53	
	Trung gian 2	9.98	21.08	13.19	
	Tuyển vết	2.01	9.68	1.22	
	Đuôi	44.70	4.03	11.28	
	Cộng	100.00	15.95	100.00	

Bảng 2 : Kết quả tuyển vồng hồ xác định tỷ lệ thuốc DO/PO

(cố định chi phí thủy tinh lỏng = 1000g/t, xô da = 500g/t, thuốc tập hợp = 400g/t)

Số TN	Sản phẩm	Thu hoạch γ (%)	Hàm lượng β (%) P_2O_5	Thực thu ϵ (%)	Loại thuốc tập hợp
18	Tính quặng	18.46	37.11	43.17	90/10
	Trung gian 1	14.96	15.84	14.93	
	Trung gian 2	8.81	21.76	12.08	
	Tuyển vết	2.01	12.79	1.62	
	Đuôi	55.76	8.03	28.20	
	Cộng	100.00	15.87	100.00	
19	Tính quặng	24.35	36.60	56.05	80/20
	Trung gian 1	14.83	16.08	15.00	
	Trung gian 2	8.68	20.57	11.23	
	Tuyển vết	2.36	7.75	1.15	
	Đuôi	49.78	5.29	16.57	
	Cộng	100.00	15.90	100.00	
20	Tính quặng	29.18	35.91	66.28	70/30
	Trung gian 1	15.08	15.08	14.38	
	Trung gian 2	8.78	19.75	10.96	
	Tuyển vết	1.98	6.63	0.83	
	Đuôi	44.98	2.65	7.55	
	Cộng	100.00	15.81	100.00	
21	Tính quặng	25.08	36.66	57.46	60/40
	Trung gian 1	15.00	14.85	13.92	
	Trung gian 2	9.12	20.58	11.73	
	Tuyển vết	1.87	8.30	0.97	
	Đuôi	48.93	4.88	14.92	
	Cộng	100.00	16.00	100.00	
22	Tính quặng	16.53	36.89	39.23	50/50
	Trung gian 1	14.90	15.70	14.67	
	Trung gian 2	9.01	20.38	11.51	
	Tuyển vết	2.12	11.96	1.59	
	Đuôi	57.44	9.44	34.00	
	Cộng	100.00	15.95	100.00	

23	Tính quặng	13.78	34.87	30.01	40/60
	Trung gian 1	15.11	15.90	15.01	
	Trung gian 2	8.97	21.47	12.03	
	Tuyển vết	2.48	12.59	1.95	
	Đuôi	59.66	11.00	41.00	
	Cộng	100.00	16.01	100.00	
24	Tính quặng	10.21	33.60	21.67	30/70
	Trung gian 1	14.87	15.95	14.98	
	Trung gian 2	8.72	21.55	11.87	
	Tuyển vết	1.91	15.50	1.18	
	Đuôi	64.29	12.22	50.30	
	Cộng	100.00	15.83	100.00	
25	Tính quặng	7.98	30.86	15.51	20/80
	Trung gian 1	15.06	15.56	14.76	
	Trung gian 2	9.15	20.65	11.90	
	Tuyển vết	1.84	16.83	1.95	
	Đuôi	65.97	13.45	55.88	
	Cộng	100.00	15.88	100.00	

Nhìn vào kết quả vòng hồ này , ta đi đến kết luận một cách định tính . Tính khả tuyển 9 tập hợp và chọn lọc) của thuốc tập hợp DO - 93 A2 và PO - 93 A2 mạnh tại các tỷ lệ pha trộn DO/PO từ 70/30 đến 60/40 . Khi làm thí nghiệm tại hai tỷ lệ này quặng đuôi thải còn lại tương đối ít, có thể áp dụng vào làm các thí nghiệm phòng kín .

Bảng 3 :

**Kết quả thí nghiệm thay đổi chi phí thuốc dề chìm,
thuốc điều chỉnh môi trường**

(Giữ nguyên chi phí thuốc tập hợp = 400 g/t tỷ lệ DO/PO = 70/30)

Số TT	Chi phí thuốc (g/t)		Sản phẩm	Thu hoạch %	Hàm lượng P_2O_5	Thực thu %
	TTL	Xôda				
26	2000	0	Q.tính	33.71	30.00	63.60
			T.gian	16.21	16.08	16.39
			Q.đuôi	50.08	6.35	20.01
			-----	-----	-----	-----
			Cộng	100.00	15.90	100.00
27	1900	0	Q.tính	36.99	29.01	67.66
			T.gian	15.83	16.11	16.08
			Q.đuôi	47.18	5.47	16.26
			-----	-----	-----	-----
			Cộng	100.00	15.86	100.00

BẢNG CẢM KẾT QUẢ NGHIÊN CỨU

28	1800	0	Q.tính	39.19	29.15	72.26
			T.gian	15.19	16.32	15.68
			Q.đuôi	45.62	4.18	12.06
			Cộng	100.00	15.81	100.00
29	1700	0	Q.tính	39.57	29.13	72.59
			T.gian	16.00	16.01	16.13
			Q.đuôi	44.43	4.03	11.28
			Cộng	100.00	15.88	100.00
30	1600	0	Q.tính	42.13	27.78	73.84
			T.gian	15.91	15.31	15.37
			Q.đuôi	41.96	4.08	10.79
			Cộng	100.00	15.85	100.00
31	1500	0	Q.tính	38.17	29.35	70.50
			T.gian	16.08	16.42	16.62
			Q.đuôi	45.75	4.47	12.88
			Cộng	100.00	15.89	100.00
32	1400	0	Q.tính	36.19	30.05	68.87
			T.gian	15.88	16.61	16.70
			Q.đuôi	47.93	4.75	14.43
			Cộng	100.00	15.97	100.00
33	1300	0	Q.tính	35.89	29.24	66.13
			T.gian	16.23	16.25	16.62
			Q.đuôi	47.88	5.72	17.25
			Cộng	100.00	15.87	100.00
34	1200	0	Q.tính	34.92	29.50	64.99
			T.gian	16.15	16.75	17.07
			Q.đuôi	48.93	5.81	17.94
			Cộng	100.00	15.85	100.00
35	1400	100	Q.tính	37.11	28.65	67.29
			T.gian	16.65	16.41	17.29
			Q.đuôi	46.24	5.27	15.42
			Cộng	100.00	15.80	100.00
36	1300	200	Q.tính	38.61	28.17	68.79
			T.gian	16.32	16.08	16.60
			Q.đuôi	45.07	5.11	14.61
			Cộng	100.00	15.81	100.00

37	1200	300	Q.tính	39.88	27.75	69.82
			T.gian	16.02	16.00	16.17
			Q.đuôi	44.10	5.03	14.01
			Cộng	100.00	15.85	100.00
38	1100	400	Q.tính	42.02	27.22	72.16
			T.gian	15.73	15.34	15.22
			Q.đuôi	42.25	4.73	12.62
			Cộng	100.00	15.85	100.00
39	1000	400	Q.tính	44.91	26.80	75.84
			T.gian	15.37	14.70	14.24
			Q.đuôi	39.72	3.96	9.92
			Cộng	100.00	15.87	100.00
40	1000	500	Q.tính	44.32	26.85	75.13
			T.gian	15.63	15.01	14.81
			Q.đuôi	40.05	3.98	10.06
			Cộng	100.00	15.84	100.00

Như vậy theo kết quả thí nghiệm ở bảng 3 , ta đã tìm được các chế độ chi phí riêng thủy tinh lỏng và chi phí thủy tinh lỏng kết hợp với xôđa tối ưu để sử dụng với 400 g/t thuốc tập hợp là : 1600 - 1800 g/t thủy tinh lỏng

hoặc 1000 g/t thủy tinh lỏng + (400-500) g/t xôđa

Với chi phí tối ưu cho môi trường tuyển như trên , đã áp dụng cho tuyển với tỷ lệ DO/PO = 60/40 cũng nhận được kết quả tuyển tính như vậy.

Căn cứ vào kết quả tuyển vòng hồ , để xác định một cách chính xác hơn (xác định định lượng những điều kiện tối ưu của tuyển vòng hồ để đạt được thực thu cao nhất , đã tiến hành kiểm nghiệm bằng vòng kín trên các điều kiện tối ưu đó .

Bảng 4a : Kết quả thí nghiệm tuyển vòng kín
(Sử dụng tỷ lệ DO/PO + 70/30)

Chi phí thuốc điều chỉnh môi trường (g/t)		Quặng tinh Apatit			Đuôi thải	Chi phí thuốc tập hợp
Na ₂ SiO ₃	NaOH	β (%) P ₂ O ₅	ε (%)	E	P ₂ O ₅ (%)	hợp (g/t)
1700	0	33.70	83.67	181.57	4.12	400
1000	400	35.16	85.13	184.88	3.96	400
1700	0	33.96	87.30	187.17	3.40	420
1000	400	34.31	87.71	187.26	3.38	420

1700	0	34.12	88.64	189.11	2.95	450
1000	400	34.09	90.21	191.32	2.67	450
1700	0	35.01	71.85	158.10	6.65	370
1000	400	35.40	73.49	167.22	6.18	370
1700	0	36.98	69.68	156.15	6.94	350
1000	400	36.26	70.06	157.16	6.93	350
1700	0	36.78	53.58	125.05	9.50	300
1000	400	36.54	60.14	142.88	8.39	300

Bảng 4b : Kết quả thí nghiệm tuyển vồng kín
(Sử dụng tỷ lệ DO/PO + 60/40)

Chi phí thuốc điều chỉnh môi trường (g/t)		Quặng tinh Apatit			Đuôi thải P ₂ O ₅ (%)	Chi phí thuốc tập hợp (g/t)
Na ₂ SiO ₃	NaOH	β (%) P ₂ O ₅	ε (%)	E		
1700	0	36.91	71.62	167.73	6.44	400
1000	400	36.72	73.51	169.98	6.17	400
1700	0	36.91	75.11	170.02	5.77	420
1000	400	35.14	77.35	172.58	5.46	420
1700	0	35.95	78.74	176.71	5.25	450
1000	400	36.03	81.78	186.61	4.49	450
1700	0	36.25	65.64	149.65	7.67	370
1000	400	36.58	67.46	157.07	7.20	370
1700	0	35.71	57.82	133.73	8.68	350
1000	400	35.87	62.01	141.67	8.19	350
1700	0	36.01	45.30	106.04	10.72	300
1000	400	36.24	56.47	123.88	9.39	300

Bảng 5 : Chỉ tiêu tuyển hợp lý đối với thuốc tập hợp DPO - 93 A2

Chi phí thuốc tập hợp (g/t)	Tỷ lệ DO/PO	Chi phí thuốc điều chỉnh môi trường(g/t)		Quặng tinh Apatit			Đuôi thải P_2O_5 θ (%)
		Na_2SiO_3	NaOH	β (%) P_2O_5	ε (%)	E	
400	70/30	1000	400	35.16	85.13	184.88	3.96
400	70/30	1700	0	33.70	83.67	181.57	4.12

Nhìn chung thuốc tập hợp DPO - 93 A rất thích hợp với môi trường nước Lào Cai dùng để tuyển quặng Apatit loại 3 , với các chế độ chi phí thủy tinh lỏng trong khoảng 800-1000 g/t , xô đa 400-500 g/t (hoặc xút = 300 g/t) và thuốc tập hợp lân cận = 400 g/t , các kết quả thu được đều rất khả quan , đáp ứng được những chỉ tiêu thiết kế của nhà máy tuyển.

IV. KẾT LUẬN :

- Đã xác định được qui trình công nghệ, cải tiến tính tan của PO-93
- Sản phẩm sản xuất theo qui trình công nghệ mới không phải dùng nước nóng để pha thuốc khi mang ra tuyển; chỉ cần dùng nước thường công nghiệp vẫn bảo đảm được các chỉ tiêu chất lượng cho công nghệ tuyển nổi quặng Apatit loại III Lào Cai.
- Đã sản xuất được 10 Tấn PO 93 A theo phương pháp mới và chạy thử công nghiệp vào cuối năm 1999 tại nhà máy tuyển quặng Apatit Lào Cai .

Bảng 5 : Chỉ tiêu tuyển hợp lý đối với thuốc tập hợp DPO - 93 A2

Chi phí thuốc tập hợp (g/t)	Tỷ lệ DO/PO	Chi phí thuốc điều chỉnh môi trường(g/t)		Quặng tinh Apatit			Đuôi thải P_2O_5 θ (%)
		Na_2SiO_3	NaOH	β (%) P_2O_5	ε (%)	E	
400	70/30	1000	400	35.16	85.13	184.88	3.96
400	70/30	1700	0	33.70	83.67	181.57	4.12

Nhìn chung thuốc tập hợp DPO - 93 A rất thích hợp với môi trường nước Lào Cai dùng để tuyển quặng Apatit loại 3 , với các chế độ chi phí thủy tinh lỏng trong khoảng 800-1000 g/t , xô đa 400-500 g/t (hoặc xút = 300 g/t) và thuốc tập hợp lân cận = 400 g/t , các kết quả thu được đều rất khả quan , đáp ứng được những chỉ tiêu thiết kế của nhà máy tuyển.

IV. KẾT LUẬN :

- Đã xác định được qui trình công nghệ, cải tiến tính tan của PO-93
- Sản phẩm sản xuất theo qui trình công nghệ mới không phải dùng nước nóng để pha thuốc khi mang ra tuyển: chỉ cần dùng nước thường công nghiệp vẫn bảo đảm được các chỉ tiêu chất lượng cho công nghệ tuyển nổi quặng Apatit loại III Lào Cai.
- Đã sản xuất được 10 Tấn PO 93 A theo phương pháp mới và chạy thử công nghiệp vào cuối năm 1999 tại nhà máy tuyển quặng Apatit Lào Cai .

PHỤ LỤC 4

BỘ CÔNG NGHIỆP
TỔNG CÔNG TY HOÁ CHẤT VIỆT NAM
VIỆN HOÁ HỌC CÔNG NGHIỆP



BÁO CÁO KẾT QUẢ NGHIÊN CỨU

ĐỀ TÀI CẤP BỘ



**NGHIÊN CỨU CÔNG NGHỆ TÁCH A XÍT BÉO
TỪ NGUỒN NGUYÊN LIỆU THỰC VẬT VÀ PHẾ THẢI
CÔNG NGHIỆP LÀM NGUYÊN LIỆU SẢN XUẤT THUỐC
TUYỂN QUẶNG APATIT**

CƠ QUAN CHỦ QUẢN: **BỘ CÔNG NGHIỆP**

CƠ QUAN CHỦ TRÌ: **VIỆN HOÁ HỌC CÔNG NGHIỆP**

CHỦ NHIỆM ĐỀ TÀI: **TS.MAI NGỌC CHÚC**

HÀ NỘI, 10-2001

CHỦ NHIỆM ĐỀ TÀI: *TS.Mai Ngọc Chúc*

NHỮNG NGƯỜI THAM GIA ĐỀ TÀI:

TS.Hoàng Văn Hoan	- Viện Hoá học Công nghiệp
KS.Hà Văn Vội	- Viện Hoá học Công nghiệp
KS. Lê Kim Liên	- Viện Hoá học Công nghiệp
KS. Nguyễn Ngọc Thanh	- Viện Hoá học Công nghiệp
KS. Lê Thị Hoa	- Viện Hoá học Công nghiệp
KS. Bùi Đăng Học	- Viện Hoá học Công nghiệp
KS.Nguyễn Hoài Vân	- Viện Hoá học Công nghiệp
KS.Trần Văn Vinh	- Viện Hoá học Công nghiệp
KS. Trần Minh Tân	- Viện Hoá học Công nghiệp
KS. Nguyễn Trọng Phú	- Công ty Apatit Lào cai
KS.Nguyễn Mạnh Thắng	- Công ty Apatit Lào cai
KS.Nguyễn Văn Tạo	- Công ty Apatit Lào cai
PGS.TS. Đinh Ngọ	- Đại học Bách khoa Hà nội

Mục lục

I. PHẦN MỞ ĐẦU

II. GIỚI THIỆU CÁC LOẠI AXIT BÉO SỬ DỤNG LÀM THUỐC TUYỂN QUẶNG APATIT LOẠI III LÀO CAI

1. Dầu thực vật

2. Dầu gan cá

III. GIỚI THIỆU MỘT SỐ AXIT BÉO ĐÃ ĐƯỢC SỬ DỤNG LÀM NGUYÊN LIỆU SẢN XUẤT THUỐC TUYỂN QUẶNG APATIT.

1. Axit Oleic kỹ thuật

2. Axit béo kỹ thuật (T×K)

3. MTK

IV. PHẦN THỰC NGHIỆM

1. Nghiên cứu công nghệ tách axit béo từ hạt Sỏ

1.1. Nghiên cứu công nghệ tách dầu từ hạt Sỏ.

1.2. Nghiên cứu công nghệ tách axit béo từ dầu Sỏ.

2. Nghiên cứu công nghệ thu hồi axit Oleic từ bã thải trong quá trình luyện dầu

2.1. Giới thiệu sơ lược về bã thải trong quá trình tinh luyện dầu.

2.2. Kết quả thí nghiệm

3. Nghiên cứu công nghệ thu hồi axit béo từ dầu gan cá Ngừ và dầu gan cá Linh

3.1. Giới thiệu sơ lược về gan cá Ngừ và gan cá Linh.

3.2. Nghiên cứu công nghệ tách axit béo từ dầu gan cá Ngừ và dầu gan cá Linh

V. NGHIÊN CỨU ỨNG DỤNG AXIT BÉO LÀM THUỐC TẬP HỢP TUYỂN NỎI QUẶNG APATIT

VI. TÍNH TOÁN GIÁ THÀNH SẢN PHẨM

VII. PHẦN KẾT LUẬN

I. PHẦN MỞ ĐẦU

Mỏ quặng Apatit Lào cai là một trong những mỏ quặng có trữ lượng lớn trên thế giới. Từ nhiều năm nay Công ty Apatit Lào cai đã tổ chức khai thác nguồn nguyên liệu quý này để sản xuất phân bón phục vụ cho nông nghiệp. Quặng Apatit Lào cai khai thác gồm 3 loại: Loại I là loại quặng có hàm lượng P_2O_5 lớn hơn 32% được sử dụng trực tiếp để sản xuất phân bón (Super phốt phát đơn), quặng loại II là loại quặng có hàm lượng P_2O_5 lớn hơn 20% và nhỏ hơn 32% được sử dụng làm nguyên liệu cho Nhà máy sản xuất phân lân nung chảy, quặng loại III là loại quặng có hàm lượng P_2O_5 chỉ đạt $15,8\% \pm 1$, để sử dụng loại quặng này cần phải qua quá trình tuyển nổi để nâng hàm lượng P_2O_5 đạt tiêu chuẩn thương phẩm (lớn hơn 32%)

Nhà máy Tuyển quặng thuộc Công ty Apatit Việt nam được Liên xô trước đây thiết kế, chế tạo và lắp đặt thiết bị, theo đúng công suất thiết kế thì để đạt 760tấn quặng tinh trong 1năm cần phải cung cấp khoảng 1200 tấn thuốc tuyển.

Thuốc tuyển quặng Apatit là tập hợp hữu cơ có nhiều dạng khác nhau, chủ yếu trên cơ sở chất hoạt động bề mặt và được chế tạo từ nguồn nguyên liệu dầu mỡ thực vật hoặc hỗn hợp Hydrocacbon tách ra từ dầu mỏ. Trong quá trình tuyển nổi nhà máy đã sử dụng thuốc tuyển của Phần lan với công nghệ tuyển khử slam và không tách lắng sót, sau đó và cho tới nay đang sử dụng thuốc tuyển MD của Thụy điển. Do đặc thù của quặng Apatit loại III Lào cai là nhiều slam và tách sót nên xu hướng sử dụng thuốc tuyển hướng tới tận dụng quặng đầu vào và giảm hàm lượng P_2O_5 của quặng thải sau tuyển nhằm tăng thu hoạch và thực thu P_2O_5 là bức thiết.

Việc nghiên cứu tạo ra công nghệ sản xuất thuốc tuyển để thay thế dần thuốc nhập ngoại, tiết kiệm ngoại tệ và chủ động trong sản xuất là cần thiết và cấp bách. Vào đầu những năm 1990 Viện Hoá học Công nghiệp đã đề xuất và chủ trì đề tài nghiên cứu cấp nhà nước Mã Số KC-06-01 thuộc chương trình KC-06 với nội dung nghiên cứu công nghệ sản xuất thuốc tuyển nổi quặng Apatit loại III. Đề tài đã nghiên cứu thành công tạo ra thuốc tập hợp ký hiệu DPO-93 bao gồm hai thành phần chính là DO (Chế tạo từ dầu Diagen) và PO (chế tạo từ dầu thực vật). Thuốc tập hợp hữu cơ DPO-93 đã được sản xuất thử nghiệm

trên dây chuyền Pilot và tuyển thử tại nhà máy Tuyển quặng Apatit loại III Lào cai. Sau khi tuyển trên dây chuyền sản xuất công nghiệp, thuốc tập hợp DPO-93 có ưu điểm so với thuốc MD của Thụy điển là tính tập hợp và chọn lọc tốt đảm bảo quặng tinh đạt tiêu chuẩn thương phẩm với hàm lượng P_2O_5 lớn hơn 32%. Tuy vậy thuốc tập hợp tuyển DPO-93 cũng có nhược điểm cơ bản mà nhà máy không sử dụng để sản xuất công nghiệp được đó là : Tính chọn lọc kém (làm cho hàm lượng P_2O_5 trong quặng thải cao tới 8.5%) dải điều chỉnh của thuốc hẹp, không ổn định khi quặng đầu vào thay đổi, bột dai khó tuyển không phù hợp với công nghệ tuyển hiện nay của nhà máy.

Xuất phát từ kết quả đó Viện Hoá học Công nghiệp đã tập trung nghiên cứu phát triển nhằm hoàn thiện công nghệ trước đây đồng thời nghiên cứu bổ xung công nghệ mới nhằm khắc phục nhược điểm. Một trong những nội dung đó là xây dựng đề tài “Nghiên cứu công nghệ tách axit béo từ nguồn nguyên liệu thực vật và phế thải công nghiệp làm nguyên liệu sản xuất thuốc tuyển quặng Apatit “. Mục tiêu của đề tài là làm tăng chất lượng thuốc tuyển và giảm giá thành sản phẩm tiến tới cạnh tranh với thuốc nhập ngoại.

II. GIỚI THIỆU CÁC LOẠI AXIT BÉO SỬ DỤNG LÀM THUỐC TUYỂN QUẶNG APATIT LOẠI III LÀO CAI

Nguồn axit béo thu được từ nguồn dầu thực vật , mỡ động vật và hải sản ở nước ta có trữ lượng rất lớn đạt sản lượng hàng trăm ngàn tấn 1 năm, chúng được sử dụng vào nhiều ngành công nghiệp khác nhau, nhưng chủ yếu vẫn là dùng làm nguồn nguyên liệu trong công nghiệp thực phẩm. Trong số đó có một số loại dầu mỡ có sản lượng lớn như : dầu lạc, dầu dừa, dầu hạt cao su, dầu gan cá,...

1. Dầu thực vật

Ở Việt nam có hai mươi cây có dầu thuộc 19 họ thực vật khác nhau, trong số đó, có những cây có nhiều điều kiện thuận lợi về đất đai, khí hậu và đặc biệt là nhu cầu sử dụng đang tăng lên nhanh chóng, ví dụ như: cây lạc, cây đậu tương, cây dừa...

Cây Lạc là loại cây có dầu ngắn ngày đứng vị trí thứ nhất, trong những năm 1980 diện tích Lạc dao động trong khoảng 107-110 ngàn hecta, đến năm 1987 là 283 ngàn hecta, từ năm 1997 đến nay đạt gần 300 ngàn hecta. Theo kế

hoạch quốc gia Lạc sẽ phát triển mạnh tới 500 ngàn hecta vào năm 2005-2010 và đạt năng suất lạc củ khoảng 4 triệu tấn/năm.

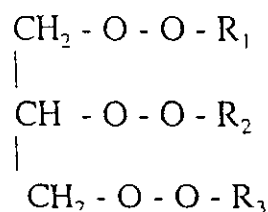
Ở nước ta cây có dầu ngắn ngày sau cây Lạc là cây Đậu tương, năm 1976-1980 có khoảng 40-58 ngàn hecta đến nay là 160 ngàn hecta.

Cây Dừa là một trong các cây có dầu dài ngày . Diện tích cây Dừa từ năm 1976-1980 đạt khoảng 250 ngàn hecta nhưng cho tới nay giảm xuống chỉ còn khoảng 200 ngàn hecta, do Dừa khó bán mà giá thành lại thấp.

Ngoài những loại dầu có sản lượng tương đối lớn kể trên còn có những loại dầu khác làm nguyên liệu cho nhiều ngành công nghiệp khác nhau như dầu vừng, dầu trẩu....

Thành phần chính của các dầu thực vật và mỡ động vật là este của glyxerin và các axit béo. Tính chất hoá học của chúng phụ thuộc chủ yếu vào các thành phần hóa học của các axit béo trong các triglyxerin. Các axit này có thể có từ 4 đến 22 cacbon thuộc loại no hoặc không no hoặc có nhóm hydroxyl. Thông thường dầu thực vật hàm lượng axit béo chiếm khoảng 90% và khoảng 10% Glyxeryl.

Triglyxeryt có công thức:



Trong đó $\text{R}_1, \text{R}_2, \text{R}_3$ là gốc của axit béo mạch thẳng no và không no.

Thành phần phần trăm của các axit béo trong một số dầu thực vật được trình bày ở bảng 1.

Bảng1. Thành phần hoá học của các loại dầu béo

Các loại dầu	Axit béo no (%)				Axit béo không no (%)						
	Caprilic C ₈	Capric C ₁₀	Lauric C ₁₂	myristic C ₁₄	pamitic C ₁₆	stearic C ₁₈	ricinoleic	oleic	linoleic	linolenic	eleostearic
Dầu trẩu Aleurites montân					4,2	2,5		3,5-10	10,3-11,5		64,5-82
Dầu lai Aleurites moluccân					4,7-8	4,1-6		10-20	33-45	24-32	
Dầu cao su Hevea Brasilliensis					9-12	5-12		18,5-29	30-39	20-26	
Dầu thầu dầu Ricinus comunis						0-2,2	90-94,5	0,2-15	4,2-4,8		
Dầu lanh Linum usitatissimum					6	4		15,2	14,9	56,2	
Dầu dừa Cocos nucifera	7,7-9,5	4,5-8,4	45-51	17-18	8-9,5	2,1-3,3		5,5-8	1,5-2,5		
Dầu lạc Arachis hypogae					8-10			50-65	18-30		
Dầu vừng Sesamus indicum					7,8	4,7		49,4	37,7		
(glycine maxima)					7-10	2-5		22-30	6-50	5-4	
Dầu đậu nành Soja hispida											
Dầu cám Oryza sativa					12-18	1-3		48,2	29,4		
Dầu cọ Elaeis guinéni					34-37	1-6		40-52	5-11		
Dầu sô Thea sasanqua					13-15,1	0,3-0,4		74-87	10-14,3		

Gốc của axit béo chiếm phần lớn trọng lượng phân tử so với glyxerit nên tính chất vật lý và hoá học của dầu mỡ được xác định bởi tính chất của axit béo được trình bày ở bảng 2.

Bảng2. Đặc tính lý hoá của một số dầu thực vật thông dụng

T	Loại dầu	Loài	Khối lượng riêng (g/cm ³)	Chỉ số khúc xạ (n _D 25)	Chỉ số xà phòng hoá	Chỉ số Iốt
1	Cao su	Hevea brasilliensis	0,923-0,924	1,463-1,467	183-190	125-145
2	Dầu bông	Gosypium hirsutum	0.920-0,926	1,474-1,475	189-199	100-120
3	Lạc	Arachi hypogaea	0,914-0,926	1,4691	187-207	83-105
4	Đậu nành	Glycine max(G.soja)	0,922-0,928	1,472-1,475	246-268	91-110
5	Dừa	Coco Nucifera	0,917-0,930	1,449-1,453	246-268	8-12
6	Trẩu	Aleurites montana	0,925-0,934	1,500-1,524	185-197	160-210
7	Thầu dầu	Ricinus communis	0,957-0,967	1,476-1,477	177-185	81-90
8	Cám	Oryza sativa	0,918-0,928		180-195	91-110
9	Lanh	Linum unsitatissmum	0,930-0,938	1,485-1,487	188-195	115-175
10	Sở	Thea sasangua	0,9202	1,4691	190-195	85-105
11	Cọ	Elaeisquineensis	0,914-0,929	1,467-1,471	196-210	51-67
12	Lai	Alenriles moluccana	0,917-0,922	1,473-1,474	180-190	140-147

2. Dầu gan cá.

Dầu cá thô bao gồm một lượng đáng kể stearin được lấy ra bằng cách làm lạnh và lọc hoặc lắng, dùng trong việc làm xà phòng hoặc như là dùng mỡ cá trong việc thuộc da. Dầu cá được sử dụng rộng rãi trong kỹ thuật thuộc da, ở những nơi mà dầu thô được sử dụng trong sản xuất da thuộc và chất nhờn, làm tính chất bôi trơn của da thuộc nặng.

Ngoài ra dầu cá còn được sử dụng trong dược học, dầu gan cá làm thuốc tinh khiết có chất lượng là có màu vàng nhạt và chỉ có mùi và vị cá nhẹ và có thể đó là kết quả của những điều kiện nuôi dưỡng khác nhau. Ví dụ như dầu từ cá ở Newfoundland và Iceland thì có màu vàng đậm hơn một cách riêng biệt hơn dầu từ cá ở Norway.

Phân tích những đặc tính của thuốc từ dầu gan cá được minh họa ở bảng 3 (trang bên), mặt khác những con số đó liên quan đến sản xuất dầu, đến 1 mẻ pha trộn gan cá.

Tuy nhiên dầu được trích ra từ phòng thí nghiệm từ những gan cá đặc biệt với các kích thước khác nhau... xuất hiện rất nhiều thay đổi biến dị.

Tiếp theo bảng số liệu (có nhờ Holme, Clough và Owen, Dầu, và mỡ 1929 (số 10); 15) cho 20 loại dầu làm từ phương pháp cho thối rửa bằng ánh sáng mặt trời đã chứng tỏ: sp.gr $0,9193 \rightarrow 0,9266$ ở $t^0 = 25^{\circ}\text{C}$, $\eta_d^{20} = 1,480-1,483$; chỉ số xà phòng hoá 184-194,5; chỉ số iôt 146,3-168,6 . chất không xà phòng 1,2-2,8%; axit béo tự do từ 7 $\rightarrow$ 20,2%. Chất không xà phòng có phần trăm cao có thể tìm thấy ở dầu cá biển. Những số liệu của axit béo của dầu gan cá được biểu thị ở bảng 4 mà ở đó có sự so sánh kỹ lưỡng những loại dầu gan cá có hình thức giống nhau.

Bảng 3. Đặc tính của dầu gan cá tuyết

	Dầu làm thuốc không đông	Quy định của dược học (Dầu không đông)	Dầu thô (Làm đông)	Dầu gan cá tuyết n/c	Dầu gan cá tuyết Nhật bản (madara)
sp.gr	0,920-0,9288/25°C	0,922-0,929/15,5°C (BP) 0,918-0,927/25°C (USP)		0,924-0,929/15,5°C	0,9243- 0,9397/15°C (0,924-0,9298)
Chỉ số chiết quang	1,474-1,4798/20°C	1,4705-1,4745/40°C(BP)		1,4705-1,4728/40°C	1,4742- 1,4803/20°C (1,4765-1,4838,
Chỉ số xà phòng hoá	175-197 (180-190)	180-190(BP) 180-192(USP)	175-188(a) 181-189(b,c) 172-198,5(d)	181-189	174,5-190,7 (183-189)
Chỉ số iôt	147-183 (150-170)	155-173(BP) 145-180(USP)	153-162(a) 142-185(b) 169-174(c) 140-185(d)	154-172	143-205 (152-182)
Chỉ số axit	0,5-3,5		0,6-2,4		0,4-5,0 (0,5-12)
Chất không xà phòng hoá	0,9-1,7%	1,5%(BP) 1,3%(USP)		0,96-1,52%	0,6-4,5% (0,6-1,0)

Bảng 4. Phân trăm thành phần của axit béo dầu gan cá

axit béo	Dầu gan cá				
Số ntt C/mol	Cá tuyết		Cá Saithe	Cá Hake	Cá Linh
Axit no	(a) ¹	(b) ² .t			
	%	%	%	%	%
C ₁₄	3,5-6	12	6,5	4,5-7	5
C ₁₆	6,5-10	14	12-13	11-13	13
C ₁₈	0,0-0,5	1	0-0,5	0,5	1
Axit không no					
C ₁₄ (-2H).....	0-0,5	2	Vết	Vết	Vết
C ₁₆ (-2H).....	16-20	10	9,5-14,5	8-17	13
C ₁₈ (-3H).....	25-31	26	29,5-31	18-34	32,5
C ₂₀ (-xH).....	26-31,5	25	24,5-26,5	25-31	24
	x=5-6	x=5,5	x=5	x=4-5	x=6
C ₂₂ (-xH).....	10-14	20	10-16,5	14-16	11,5
	x=7	x=7,4	x=7	x=7	x=7

Axit béo no (10-15% của tổng lượng axit) chủ yếu là axit myristic và palmitic với các vết của axit stearic (Guha, Hilditch, và Lovern, lc; Toyama J.Soc.Chem. Ind. Japan 1926,29,1722 B). Những axit không no bao gồm: Monoethylenic 200 marie ($\Delta^{9:10}$ C₁₆H₂₃O₂); oleic ($\Delta^{9:10}$ C₁₈H₃₃O₂); Gadoleic (C₂₀H₃₀O₂); và cetoleic ($\Delta^{11:12}$ C₂₂H₄₂O₂) (H.Bul.Ber. Japan.1926,29,624,1927,30,154B,155B; 1934,37,14B), axit myristoleic (C₁₄H₂₆O₂) và selacholeic ($\Delta^{15:16}$ C₂₄H₄₆O₂) Để nâng cao axit không no của dãy C₂₀ và C₂₂ bao gồm axit docosa hexaenoic (C₂₂H₃₂O₂) (cf. Farmer và Vander Hewel, J.C.S 1938, 424) là thành phần rất quan trọng: axit stearidonic (C₁₈H₂₈O₂) và axit arachidonic (C₂₀H₃₂O₂) được xác định bởi Susuki (Pro.Imp.AAcad.Tokyo 1929, 5, 165) và axit nisinic (C₂₄H₃₆O₂) bởi Toyama và Tsuchiya (J.Soc.chem.Ind.Japan,1934,37,531 B)

Chất không xà phòng của gan cá thường chiếm từ 0,7 đến 2,8%. Đó là tỷ lệ khá lớn lấy từ dầu cá gầy, cá lớn (cf. K. Kawai, J. Phocer. m. Soc. Japan 1933, 53, số 10, 183) như một thước đo; 1 nửa là chất không xà phòng bao gồm cholesterol, phần còn lại gồm chất béo hoà tan vitamin, chất màu và 1 số chất không sterol khác gồm squalene và batyl alcol

III. GIỚI THIỆU MỘT SỐ AXIT BÉO ĐÃ ĐƯỢC SỬ DỤNG LÀM NGUYÊN LIỆU SẢN XUẤT THUỐC TUYỂN QUẶNG APATIT.

Theo kết quả nghiên cứu và những thành công của nhà nước đặc biệt là Liên xô cũ đã sử dụng một lượng đáng kể axit béo thực vật sản xuất thuốc tuyển nổi quặng Apatit đó là :

1. Axit Oleic kỹ thuật

Axit Oleic đã được tổ chức sản xuất qui mô công nghiệp bằng phương pháp thủy phân dầu mỡ động thực vật.

Axit Oleic có chỉ số xà phòng hoá và chỉ số axit là 175-210, chỉ số iôt là 80-105 và nhiệt độ đông đặc dao động từ 10-34°C. Axit oleic ở Việt nam được khai thác chủ yếu từ nguồn dầu lạc, dầu sỏ và dầu cám. Axit oleic là một nguyên liệu chủ yếu để sản xuất thuốc tập hợp hữu cơ truyền thống để tuyển nổi quặng Apatit và Photphorit.

2. Axit béo kỹ thuật (TЖK)

Axit béo kỹ thuật TЖK chính là thuốc tập hợp dùng để tuyển quặng Apatit loại III Lào cai theo thiết kế của Liên xô cũ khi xây dựng nhà máy tuyển nổi. TЖK là sản phẩm phụ của công nghệ sản xuất axit đa chức. Thành phần hoá học của chúng chủ yếu là các axit béo (axit stearic, axit palmitic, axit oleic, axit linoleic, axit oxystearic) và một lượng nhỏ các chất không xà phòng hoá.

3. MTK

Thuốc tập hợp MTK là một trong loại thuốc mới của Cộng hoà Liên bang Nga dùng để thay thế các loại thuốc tập hợp cũ để tuyển nổi quặng Apatit. Thành phần chủ yếu của MTK là axit béo được chế tạo theo công nghệ oxy hoá paraphin lỏng.

Ngoài ra còn nhiều loại thuốc tập hợp dùng để tuyển nổi quặng Apatit đã được nghiên cứu và đưa vào sản xuất như : thuốc tập hợp BЖK; thuốc tập hợp MK; thuốc tập hợp AAK; thuốc tập hợp KTM; thuốc tập hợp Flotol 7.9 của Cộng hoà Liên bang Nga đều trên cơ sở sử dụng axit béo.

Ở Việt nam có thể nói người đầu tiên nghiên cứu và đưa ra kết quả sơ bộ về việc sử dụng axit béo hoặc este của axit béo từ các nguồn nguyên liệu thực vật Việt nam để tuyển nổi quặng Apatit loại III Lào cai là Thái Duy Thắm cùng các cộng tác viên. Tác giả đã đưa ra kết luận việc sử dụng các loại dầu thực vật sẵn có Việt nam để tuyển nổi quặng Apatit loại III thay axit oleic là kém hiệu quả vì chỉ số tiêu hao cao và chỉ có dầu béo hoặc màng tang sử dụng để tuyển là có hiệu quả nhất.

Tiếp theo là tác giả TS.Trần Hữu Bưu cùng các cộng sự đã chủ trì và tổ chức nghiên cứu đề tài KC-06-01 cấp nhà nước và đã thành công tạo ra công nghệ sản xuất thuốc tập hợp hữu cơ DPO-93 để tuyển nổi quặng Apatit loại III. Thành phần chủ yếu của thuốc tập hợp gồm 2 phần : Phần DO là sản phẩm của axit béo được oxy hoá từ paraffin tách ra từ dầu DO chiếm 60%; phần PO là axit béo thực vật - axit oleic được tách ra từ dầu lạc chiếm khoảng 40%.

Do thuốc tập hợp DPO-93 có nhược điểm cơ bản đó là : Tính chọn lọc và tập hợp còn hạn chế dẫn đến khó thao tác và vận hành, hàm lượng P_2O_5 có trong quặng thải cao tới 8.5%) . Mặt khác giá thành cao do công nghệ phức tạp và giá thành nguyên liệu (dầu Lạc) cao.

Để khắc phục nhược điểm đó chúng tôi đã tiến hành nghiên cứu phát triển tạo ra 02 mẫu thuốc tập hợp mới là VH-2K₂ và VH-2000 để tuyển nổi quặng Apatit loại III. Thành phần chính của VH-2K₂ và VH-2000 là các axit béo và phụ gia. Đặc biệt chúng tôi đã tiến hành nghiên cứu và chọn lọc axit béo từ nguồn dầu thực vật công nghiệp và dầu phế thải công nghiệp đó là:

- Dầu sỡ tách ra từ quả cây sỡ
- Phế thải công nghiệp tách ra từ các nhà máy tinh luyện dầu thực vật có hàm lượng oleic cao
- Dầu gan cá từ phế thải của quá trình sản xuất thủy sản.

IV. PHẦN THỰC NGHIỆM

1. Nghiên cứu công nghệ tách axit béo từ hạt Sờ

1.1. Nghiên cứu công nghệ tách dầu từ hạt Sờ.

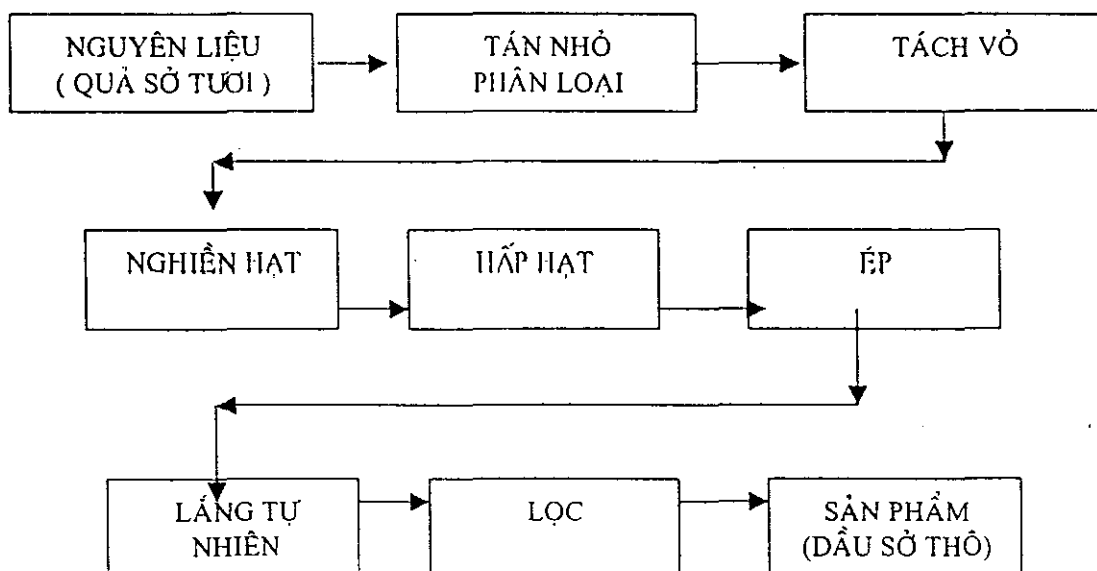
Cây Sờ thuộc họ cây lâu năm, thân gỗ cao từ 5-10m, có biên độ sinh thái rộng nên dễ dàng thích nghi với các điều kiện khí hậu đất đai khác nhau. Vì vậy các tỉnh miền núi nước ta như Yên Bái, Lào cai, Lai châu, Nghệ an, Thanh hoá nhiều năm trước đây đã trồng đại trà để phủ xanh đất trống đồi trọc.

Cây Sờ hàng năm vào tháng 11-12 cho quả chín, nhân của quả Sờ chiếm tỷ lệ 70-80%, và vỏ dầy chiếm tỷ lệ 20-30%. Tỷ lệ dầu béo trong nhân thay đổi từ 45-55%. Qua khảo sát chúng tôi đã chọn loại nguyên liệu quả Sờ được trồng ở Nghệ an và Thanh hoá.

Để tách dầu từ hạt quả Sờ có thể tiến hành theo 2 phương pháp là: phương pháp ép và phương pháp trích ly bằng dung môi. Phương pháp ép có ưu điểm là đơn giản nhưng lại có nhược điểm là không có khả năng tách dầu triệt để từ nguyên liệu, dẫn đến hiệu suất thu hồi thấp. Còn phương pháp trích ly bằng dung môi cho hiệu suất cao nhưng đòi hỏi trình độ chuyên môn cao và thiết bị đắt tiền. Các nước trên thế giới như Mỹ, Trung Quốc, các nước Châu Âu thường sử dụng 2 phương pháp kết hợp, giai đoạn đầu ép lấy khoảng 60-70% dầu, giai đoạn tiếp theo dùng dung môi hữu cơ (este dầu hoả, hexan ...) trích ly lấy hết dầu còn lại. Ở Việt nam do điều kiện không cho phép, hiện nay phân tách dầu béo thực vật chỉ dùng công nghệ ép.

Trong khuôn khổ của đề tài, chúng tôi đã tiến hành ép dầu Sờ trên cơ sở công nghệ và thiết bị hiện nay đang có ở Việt nam.

Sơ đồ qui trình ép dầu Sờ



Quả Sờ tươi hái trên cây hoặc nhặt dưới đất khi nó bị rụng, được xem xét và phân loại để loại bỏ quả bị hỏng vì trong hạt các loại quả này có chứa các loại côn trùng hoặc men làm phân huỷ các hợp chất hữu cơ có trong hạt...Sau đó tập trung tại một địa điểm và ủ tự nhiên để loại bỏ lớp vỏ bọc ngoài. Quả Sờ được nghiền để phá vỡ lớp vỏ cứng ngoài nhân. Sau khi tách vỏ cứng, nhân hạt Sờ được sấy khô tự nhiên bằng cách phơi khô ngoài ánh sáng mặt trời, sau đó đưa vào kho bảo quản.

Chúng tôi tiến hành ép hạt Sờ bằng máy ép thủ công trục xoắn vít (theo hình vẽ) theo 2 phương pháp: phương pháp ép nguội và phương pháp ép nóng , cho kết quả ở bảng 5.

Bảng 5. Kết quả tách dầu từ hạt Sờ bằng phương pháp ép.

Nguyên liệu (Hạt Sờ) (kg)	ép theo phương pháp nguội		ép theo phương pháp nóng	
	Dầu thu hồi (kg)	Hiệu suất (%)	Dầu thu hồi (kg)	Hiệu suất (%)
100	32	60	45	80

Bảng 5 cho thấy ép dầu Sờ ở điều kiện $t^{\circ}=70-80^{\circ}\text{C}$ cho năng suất và hiệu suất dầu hơn hẳn, điều này có thể giải thích như sau: Trong nhân hạt Sờ có hai thành phần rõ rệt đó là phần kỵ nước (đó là dầu) và thành phần hao nước (đó là protit, gluxit...) chúng liên kết dưới dạng phân tử rất bền, để phá vỡ mối liên kết này bằng cách chung hạt Sờ với hơi nước ở nhiệt độ $70-80^{\circ}\text{C}$, khi làm ẩm và hấp chín bằng hơi nước thành phần hao nước sẽ trương nở lên làm cho thể tích hạt sờ tăng lên, trong khi đó phần kỵ nước không thay đổi thể tích. Vì vậy mối liên kết giữa hai phần kỵ nước và hao nước sẽ suy yếu, nên khi ta tiến hành ép phần hao nước tách đi làm cho thể tích giảm xuống và dầu thoát ra được tự do.

Dầu thô sau khi ép ra, chúng tôi đã tiến hành xử lý như sau: Để lắng tự nhiên và để tăng tốc độ lắng chúng tôi đã cho thêm 5-10% NaCl khan, sau đó lọc qua lớp vải hoặc lớp đệm mút rồi thu hồi dầu.

Chất lượng dầu mà chúng tôi thu được có các chỉ số sau:

- Tỷ trọng $d_{20}^{20} = 0,9180-0,9212$
- Chỉ số khúc xạ: $n_d^{20} = 1,4683$
- Chỉ số xà phòng hóa $= 195-205$
- Chỉ số iôt $= 90-100$
- Chỉ số axit : 27,3
- Màu : sáng
- Axit oleic : 85,5%

1.2. Nghiên cứu công nghệ tách axit béo từ dầu Sờ.

Để tách axit béo từ dầu Sờ chúng tôi dùng phương pháp thủy phân dầu, phương pháp thủy phân dầu gồm những phương pháp sau:

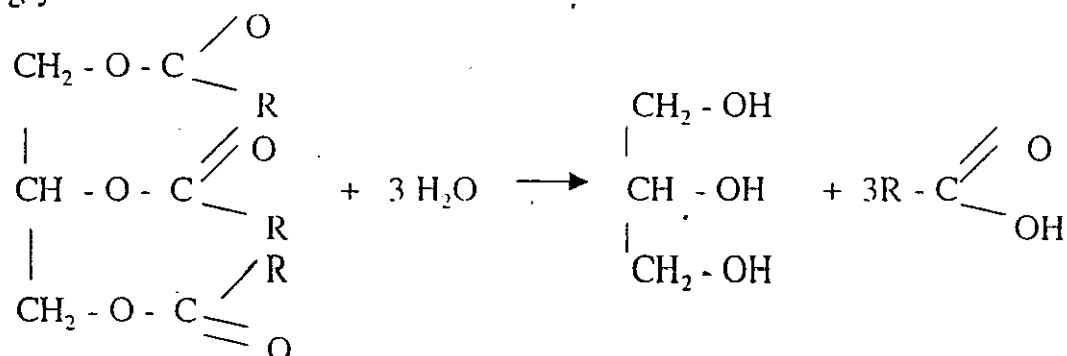
- a. Phương pháp thủy phân kiềm xúc tác
- b. Phương pháp thủy phân axit xúc tác
- c. Phương pháp thủy phân men xúc tác
- d. Phương pháp thủy phân không có xúc tác

Trong 4 phương pháp này, để phù hợp với điều kiện thực tế ở Việt nam, chúng tôi chọn và tiến hành nghiên cứu hai phương pháp: Phương pháp thủy phân kiềm xúc tác (đây là phương pháp thông dụng được phổ biến và sử dụng rộng rãi ở Việt nam) và phương pháp thủy phân axit xúc tác (phương pháp này có ưu điểm là rút ngắn thời gian, tăng năng suất, nhưng nhược điểm là thiết bị hỏng nhanh).

1.2.1. Tách axit béo từ dầu Sờ bằng Phương pháp thủy phân kiềm xúc tác

1.2.1.1. Khái niệm cơ bản về thủy phân dầu.

Trong thành phần của dầu gan cá có các gluxenrit của các axit no và không no với mạch cacbon từ C_{14} đến C_{24} . Thủy phân dầu gan cá cho các axit béo và glyxerin

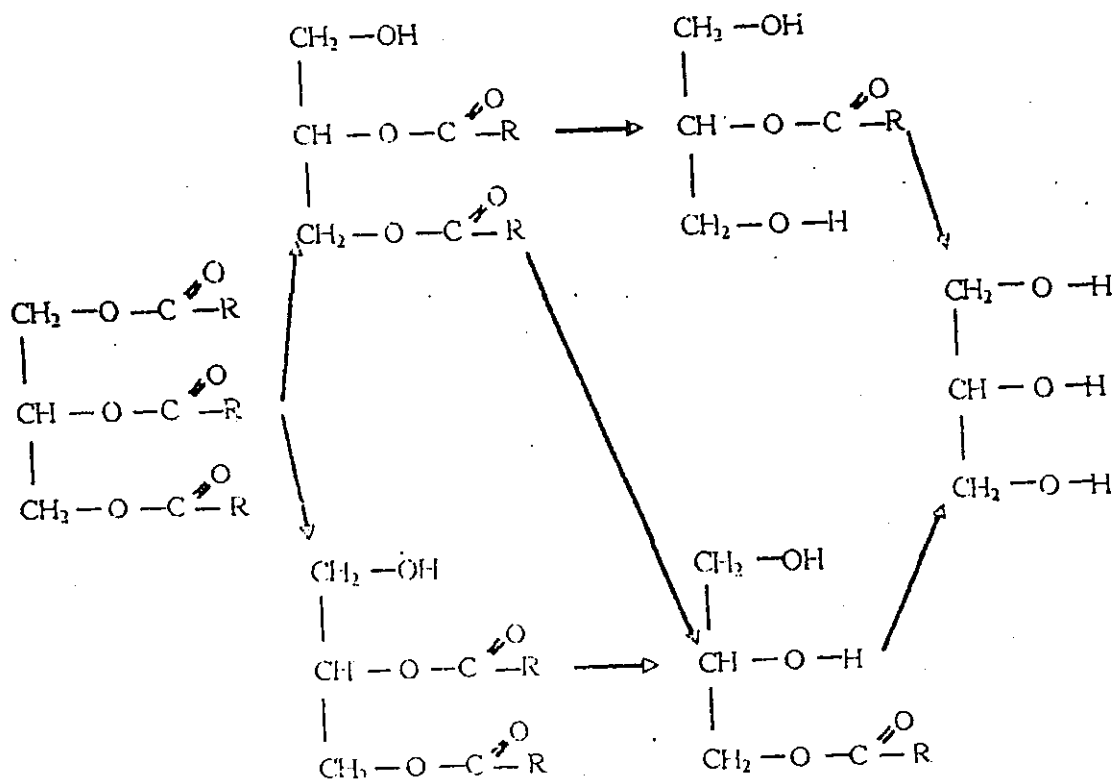


Nếu tác dụng với kiềm thì sản phẩm là xà phòng và glyxerin, phản ứng này là phản ứng xà phòng hoá.

Trên thực tế sự thủy phân dầu không hề hoàn thành trong một lần.

Căn cứ vào sản phẩm của các giai đoạn khác nhau trong quá trình phản ứng ta biết được sự thủy phân Glyxerit là từ từ từng bước:

Triglyxerit	Thủy phân bước thứ nhất
thành Diglyxerit	Thủy phân thêm bước nữa
thành Monoglyxerit	Cuối cùng mới phân ly hoàn toàn
thành Glyxerin và Axit béo	



Trên cơ sở kết quả nghiên cứu của công nghệ tối ưu phản ứng thủy phân bằng kiềm xúc tác mà chúng tôi đã nghiên cứu thành công và đang áp dụng sản xuất qui mô công nghiệp tại Viện để tách axit béo từ dầu lạc, chúng tôi đã nghiên cứu khảo sát và áp dụng phương pháp này để tách axit béo từ dầu Sờ cho kết quả hoàn toàn tương đương. Qui trình tách axit béo từ dầu Sờ (cũng như dầu Lạc) bao gồm những bước chính như sau:

Cho vào thiết bị phản ứng 3000 lít có gia nhiệt bằng hơi cho vào 200 kg dầu Sờ gia nhiệt từ từ và trong quá trình đó cho vào 35kg NaOH 96% (NaOH được pha loãng 30-35%) quá trình cho NaOH cần được tiến hành từ từ sao cho ở khoảng 2/3 giai đoạn đầu hết 80% NaOH, còn 20% NaOH còn lại được cho ở giai đoạn cuối trước khi kết thúc phản ứng 2 tiếng. Phản ứng thủy phân được duy trì ở nhiệt độ 85-90°C và khuấy liên tục trong thời gian 30-35 giờ. Phản ứng kết thúc khi chỉ số xà phòng hoá đạt hơn 190. Sản phẩm xà phòng hóa được rửa với nước muối bão hoà sao cho đạt trung tính (pH=7). Sau đó sản phẩm được axit hoá trở lại bằng axit H₂SO₄ , ta thu được axit béo.

1.2.2. Phương pháp thuỷ phân axit xúc tác

Axit vô cơ (H_2SO_4) và $\text{R-C}_6\text{H}_4\text{SO}_2\text{OH}$ là chất xúc tác đặc biệt dùng trong phương pháp thuỷ phân axit xúc tác, nhưng nếu chỉ dùng đơn độc H_2SO_4 thì có những nhược điểm sau:

- Dầu sunphat hoá trong quá trình thuỷ phân có thể tiếp tục tác dụng với nước tạo thành hydroxit axit béo và H_2SO_4 làm giảm tác dụng nhũ hoá.
- Dầu béo và glycerin thuỷ phân được bằng H_2SO_4
- Tác dụng ăn mòn của H_2SO_4 đối với kim loại là rất lớn.

Do đó người ta đã nghiên cứu cải tiến và khẳng định $\text{R-C}_6\text{H}_4\text{SO}_2\text{OH}$ (là sản phẩm của H_2SO_4 axit béo và hợp chất của nhân aromatic tác dụng với nhau mà thành) tính chất nó ổn định, không có nhược điểm như H_2SO_4 nhưng lại có những ưu điểm giống như H_2SO_4 .

Quá trình thực nghiệm

Cho dầu Sỡ vào thiết bị phản ứng với 25% nước và 1% xúc tác, sau đó cho thêm 0,2% H_2SO_4 . Hỗn hợp phản ứng được khuấy đều liên tục trong 12 giờ ở nhiệt độ 90-95°C (phản ứng dừng khi chỉ số axit đạt hơn 190). Sản phẩm được trung hoà bằng Na_2CO_3 , sau đó rửa sạch, cuối cùng thu được axit béo.

Trong quá trình tiến hành phương pháp thuỷ phân axit xúc tác, chúng tôi đã nghiên cứu một số yếu tố động học ảnh hưởng đến hiệu suất chuyển hoá của phản ứng như sau:

* Ảnh hưởng của nhiệt độ đến hiệu suất chuyển hoá của phản ứng

Bảng 6

Nhiệt độ	50	70	100
Hiệu suất p. ứng	0	30	95

Từ kết quả trên chúng tôi nhận thấy nhiệt độ cho phản ứng là 70°C, nếu nhiệt độ thấp hơn không đủ để cắt đứt liên kết glycozit, còn nhiệt độ cao quá sẽ gây hiện tượng trào và sản phẩm có màu đen.

** Ảnh hưởng của xúc tác đến hiệu suất chuyển hoá*

Bảng 7

% xúc tác	0,1	0,2	0,3	0,4	0,5	0,6	0,7	0,8	0,9	1
Hiệu suất	50	69	70	90	96	96	96,5	96	95	95

Từ kết quả trên chúng tôi rút ra nhận xét: xúc tác tốt nhất cho phản ứng là 0,5% . Nếu dưới 0,5% xúc tác, phản ứng cho hiệu suất thấp, còn nếu phần trăm xúc tác lớn hơn 0,5% cho hiệu suất không tăng , về mặt kinh tế thì tốn nhiều xúc tác , hơn nữa lại gây khó khăn cho việc xử lý sản phẩm, phải rửa nhiều lần, dễ mất sản phẩm, đôi khi phải dùng tới bazơ nhẹ để hỗ trợ cho quá trình rửa sản phẩm.

** Ảnh hưởng của thời gian đến hiệu suất phản ứng.*

Bảng 8

T.gian (h)	4	6	8	10	12	14	16
Hiệu suất	40	60	94	94	96	97	98

Từ kết quả trên chúng tôi nhận thấy thời gian để phản ứng có hiệu quả nhất là 12 giờ. Nếu ít thời gian hơn thì phản ứng sẽ cho hiệu suất thấp, còn nếu kéo

dài thời gian phản ứng rõ ràng sẽ không kinh tế vì tốn nhiều nhiên liệu, mặt khác sẽ làm cho sản phẩm bị sẫm màu.

* Ảnh hưởng của phần trăm axit trong dịch axit đến hiệu suất phản ứng

Bảng 9.

% H_2SO_4	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
Hiệu suất	0	10	60	65	96	96,5	95	95	93	90

Kết quả chỉ ra rằng trong dịch axit trong phản ứng thủy phân, nồng độ axit là 5% cho hiệu suất cao nhất, theo chúng tôi có lẽ nồng độ axit dưới 5% chưa đủ để phá gãy liên kết glycorit dẫn đến hiệu suất phản ứng thấp. Khi nồng độ axit tăng lên hiệu suất phản ứng không tăng thậm chí còn giảm là do axit đã than hoá một phần dầu béo và sản phẩm (biểu hiện là sản phẩm có màu sẫm)

* Ảnh hưởng của tỷ lệ dầu /dịch axit đến hiệu suất phản ứng.

Bảng 10

Tỷ lệ Dầu/axit	1	1/2	1/3	1/4
Hiệu suất p. ứng	70	95	96	96,5

Từ kết quả chúng tôi nhận xét: Tỷ lệ dầu/axit là 1/2 cho hiệu suất không phải là cao nhất, song chúng tôi cho rằng ở tỷ lệ này hiệu quả nhất vì chúng cho phép sử dụng tối ưu nhất về hiệu dụng thiết bị.

Kết luận: Chúng tôi đã tiến hành hợp tác với cơ sở sản xuất của Thanh hóa nghiên cứu thành công công nghệ ép dầu Sờ từ hạt sờ trên qui mô bán công nghiệp. Đã sản xuất được hơn 3 tấn dầu Sờ đưa vào sản xuất tại Viện để sản xuất thuốc tuyển nổi

Đặc biệt dầu Sờ có hàm lượng oleic khá cao từ 85-93% cao hơn hẳn so với dầu Lạc mà chúng tôi đang dùng hiện nay (hàm lượng oleic trong dầu lạc chỉ đạt khoảng 60%). Mặt khác dầu Sờ giá thành thấp hơn dầu Lạc khoảng 20-30% (Dầu Lạc giá 14.000 -15.000 đồng/kg, dầu Sờ giá 10.000-12.000 đồng/kg). Nếu tính giá trị tuyệt đối theo chỉ số axit oleic đạt được thì dầu Sờ chỉ bằng 1/2 giá thành dầu Lạc. Hơn thế nữa dầu Sờ là nguồn dầu của cây công nghiệp thuộc chương trình phủ xanh đất trống đồi trọc mà hiện nay chưa có cơ sở nào sử dụng.

2. Nghiên cứu công nghệ thu hồi axit oleic từ bã thải trong quá trình tinh luyện dầu.

2.1. Giới thiệu sơ lược về bã thải trong quá trình tinh luyện dầu.

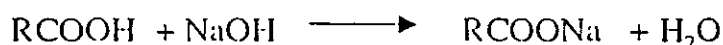
Công nghệ sản xuất axit béo trên thế giới ngày càng phát triển do đó tổng lượng axit béo thu được từ thủy phân dầu mỡ và từ cặn xà phòng trong quá trình luyện dầu mỡ cũng tăng theo.

Theo tạp chí JAOCS công bố ngay từ những năm 80, sản lượng sản xuất axit béo cũng đạt tới gần 3 triệu tấn. Lượng Axit béo đó được sử dụng trực tiếp hoặc chuyển hoá thành các dẫn xuất để dùng trong công nghiệp sơn, cao su, hương liệu mỹ phẩm...

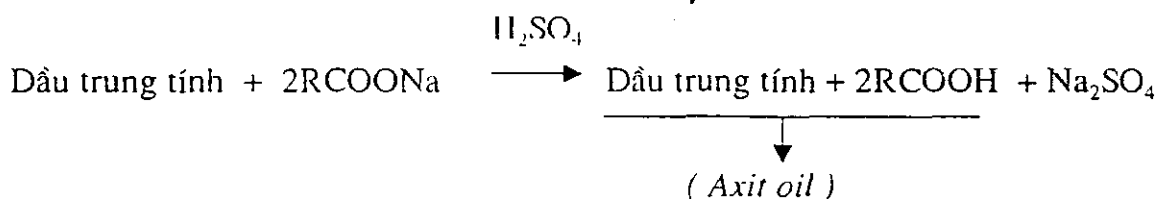
Trong quá trình thu axit béo từ bã thải tinh luyện dầu, người ta đã đưa ra một so sánh về giá trị kinh tế của dầu thô với các dẫn xuất của axit béo (theo tài liệu của PCA - Philipppinies Coconut Authority)

<i>Sản phẩm</i>	<i>Giá trị kinh tế</i>
Dầu dừa thô	1
Axit béo	1
Methyl Este	1,8
Glyxerin	1,8
Rượu béo	2,3
Laryl Sunphat	5,3
Chất tẩy giặt	8,2

Qua đó ta thấy axit béo thu hồi từ cặn bã của quá trình tinh luyện dầu tương đương với dầu dừa thô. Ở Việt nam nguồn axit béo có trong cặn xà phòng (thu được trong quá trình tinh luyện dầu béo) chỉ dùng nấu xà phòng chất lượng thấp hoặc có nơi không thu hồi mà thải ra ngoài và làm ô nhiễm môi trường (khoảng 1000 tấn /năm) Trong khuôn khổ của đề tài chúng tôi tập trung nghiên cứu tận dụng thu hồi axit béo oleic từ phế thải của các nhà máy tinh luyện dầu béo (như dầu lạc, dầu vừng) Trong quá trình tinh luyện dầu Lạc và dầu Vừng của Tổng Công ty Dầu Thực vật Việt nam tại thành phố Hồ Chí Minh ở công đoạn trung hoà, axit béo được loại ra dưới dạng xà phòng (Muối natri của axit béo)



Khi lắng tách xà phòng này kéo theo một lượng dầu trung tính và một số chất khác. Nếu axit hoá cặn xà phòng này sẽ thu được một hỗn hợp gồm dầu trung tính và axit béo gọi là axit oil.



Quá trình axit hoá cặn xà phòng thu được theo quy trình sau: Axit hoá cặn xà phòng bằng H_2SO_4 10% để lắng cặn xà phòng đã axit hoá, loại bỏ tạo chất và axit dư, rửa axit oil thu được bằng nước nóng có muối NaCl, sau đó loại bỏ nước rửa ta thu được axit oil.

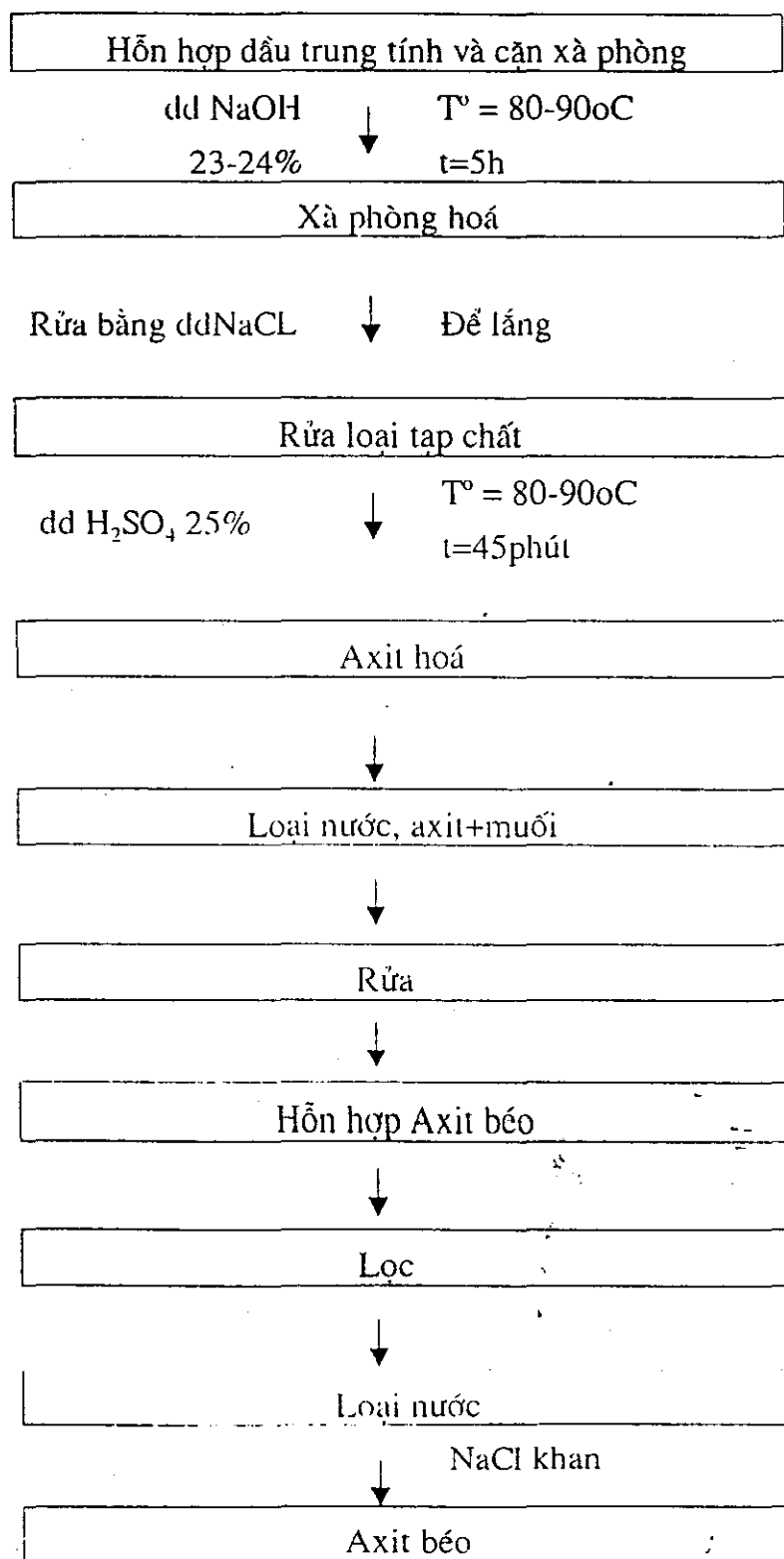
2.2. Kết quả thực nghiệm

Chúng tôi đã tiến hành lấy mẫu cặn xà phòng của Nhà máy Tinh luyện dầu Nghệ an và Nhà máy Tinh luyện dầu Tường an thành phố Hồ Chí Minh, sau đó tiến hành phân tích cặn xà phòng và cho kết quả sau:

- Nước chiếm 45%
- Dầu trung tính 22%
- Axit béo ở dạng xà phòng 25%
- Phần còn lại là các chất không xà phòng hoá, tinh bột, Protein, phôtphorit, cặn bẩn.

Lấy hỗn hợp dầu trung tính và cặn xà phòng (chúng tôi lấy 1 kg) thuỷ phân tiếp với dung dịch NaOH 25% ở nhiệt độ 80-90°C, thời gian thuỷ phân là 5 giờ, khuấy đều liên tục. Sau khi dừng phản ứng, sản phẩm được rửa với nước muối bão hoà cho tới pH=7. Sản phẩm xà phòng hoá được tiến hành axit hoá với dung dịch H_2SO_4 25% ở nhiệt độ 80-85°C trong khoảng 30-40 phút. Sau đó loại nước và rửa sản phẩm với nước nóng 3 lần, loại nước rửa ta thu được axit béo.

* Sơ đồ thu hồi axit béo như sau:



Hiệu suất thu hồi hơn 92% (thu được 450 gam axit béo). Chất lượng các axit béo thu được tương đương với axit béo hiện nay chúng tôi đang sản xuất tại Viện từ dầu lạc nguyên chất.

3. Nghiên cứu công nghệ thu hồi axit béo từ dầu gan cá Ngừ và gan cá Linh

3.1. Giới thiệu sơ lược về gan cá Ngừ và gan cá Linh

Trong ngành công nghiệp đánh bắt hải sản, phục vụ nhu cầu trong nước và xuất khẩu ngày càng tăng ở nước ta. Từ chương trình đánh bắt cá xa bờ đã tạo ra lượng hải sản xuất khẩu mang lại nguồn thu hàng tỉ đôla cho đất nước. Các loại cá xuất khẩu hiện nay chủ yếu là thịt cá, phần còn lại như xương cá, đầu cá, ruột cá chủ yếu là nghiền để làm thức ăn gia súc. Do điều kiện đánh bắt xa bờ và để dễ cho quá trình bảo quản người ta thường chế biến sơ bộ ngay trên tàu để bảo quản thịt cá, còn phần nội tạng như gan cá và ruột rất khó bảo quản dễ bị ôi . Thông thường gan cá được ướp lạnh hoặc ướp muối trên tàu sau đó chuyển về đất liền. Có nhiều lô hàng do bảo quản dài ngày nên khi cập bờ chất lượng kém không đảm bảo cho việc chế biến thức ăn gia súc. Qua khảo sát khu vực miền Trung, chúng tôi thống kê sản lượng gan cá này có tới hàng trăm tấn năm. Xuất phát từ nguồn nguyên liệu dồi dào đó chúng tôi đã tiến hành nghiên cứu và xác định thành phần của gan cá ngừ và gan cá linh có các gluxenrit của các axit no và không no với mạch cacbon từ C_{14} - C_{24} . Khi thủy phân chúng cho các axit béo và glycerin.

3.2. Nghiên cứu công nghệ tách axit béo từ dầu gan cá Ngừ và cá Linh

Tương tự như công nghệ tách axit béo từ dầu sò và dầu lạc ở đây chúng tôi áp dụng phương pháp thủy phân dầu gan cá bằng kiềm xúc tác. Quy trình thủy phân dầu gan cá qui mô công nghiệp hiện đang được áp dụng và sản xuất tại Viện như sau:

Trên thiết bị phản ứng 3000 lít có máy khuấy và gia nhiệt gián tiếp bằng hơi nước, cho vào 200 kg dầu cá và 600 lít nước, gia nhiệt và cho từ từ dung dịch pha loãng NaOH (khoảng 30-35 %) và khuấy đều đồng thời đảm bảo nhiệt độ của khối phản ứng từ 80-90 °C, lượng dung dịch NaOH cho vào trong giai đoạn đầu phản ứng khoảng 80%, phần còn lại cho tiếp trước khi dừng phản ứng 2 tiếng. Thời gian phản ứng là 25 giờ, phản ứng kết thúc khi chỉ số xà phòng hoá

đạt ≥ 180 . Sản phẩm sau khi phản ứng được rửa với nước muối bão hoà sao cho nước rửa có pH=7, sau đó sản phẩm được axit hoá trở lại bằng axit H_2SO_4 , ta thu được axit béo.

Kết quả thực nghiệm và sản xuất cho thấy hiệu suất phản ứng đạt 85% (170 kg sản phẩm một mẻ), phần còn lại là glyxerit tan trong nước, tạp chất không thu hồi được bỏ đi.

Chất lượng của dầu gan cá Ngừ và cá Linh thu được chỉ số như sau:

- Tỷ trọng $d_{20}^{20} = 0,9238 - 0,9240$
- Chỉ số khúc xạ: $n_d^{20} = 1,4737$
- Chỉ số xà phòng hóa $= 180-190$
- Chỉ số iot $= 155$
- Chỉ số axit $: 8$
- Màu $: \text{sáng}$
- Axit không no $: 88 \%$
- Axit no $: 12 \%$

Kết luận: Chúng tôi đã tiến hành khảo sát các tỉnh miền trung Việt Nam xác định được nguồn phế thải gan cá ngừ và gan cá linh là có trữ lượng lớn nhất, hiện nay chỉ sử dụng làm thức ăn gia súc hoặc thải ra trên biển.

Trong số các loại gan cá mà chúng tôi khảo sát và nghiên cứu tuyển chọn thì thành phần của hai loại dầu cá này là thích hợp nhất cho việc sử dụng làm nguyên liệu thuốc tuyển quặng Apatit nhằm thay thế phần lớn axit ôlêic. chúng tôi đã tiến hành nghiên cứu chế mẫu thuốc tuyển VH-2000, tạo ra bước ngoặt cho chất lượng thuốc tuyển quặng được nghiên cứu hiện nay.

V. NGHIÊN CỨU ỨNG DỤNG AXIT BÉO LÀM THUỐC TẬP HỢP TUYỂN NỎI QUẶNG APATIT

Từ kết quả nghiên cứu tạo ra nguồn axit béo từ nguồn dầu Sở công nghiệp, từ nguồn phế thải cặn xà phòng của các nhà máy tinh luyện dầu thực vật, từ nguồn phế thải ngành chế biến hải sản - dầu gan cá Ngừ và gan cá Linh. Nhiệm vụ trọng tâm của đề tài là nghiên cứu khả năng sử dụng chúng để thay thế hoàn toàn hoặc thay thế từng phần axit béo tách ra từ dầu Lạc nguyên chất mà chúng tôi đang dùng.

Chúng tôi đã tiến hành nghiên cứu qui trình phối trộn axit béo trên tạo ra mẫu thuốc tập hợp và tiến hành thử tuyển trong phòng thí nghiệm tại Viện Hoá học Công nghiệp, tại phòng thí nghiệm của nhà máy đánh giá kết quả với việc dùng axit béo từ dầu Lạc và thuốc tập hợp MD-20245 của Thuy điển, sau đó tạo mẫu chung là thuốc tập hợp VH-2000 đồng thời tiến hành tuyển thử trên dây truyền Pilot và đưa vào sản xuất công nghiệp hiện nay. Kết quả như sau:

1. Kết quả thí nghiệm tuyển sơ bộ với mẫu thuốc tuyển chế xuất từ axit béo dầu Sở.

Bảng 11

STT	% P_2O_5 quặng tuyển	% P_2O_5 quặng tinh	% P_2O_5 quặng thải	% thu hoạch	% thực thu	Điều kiện TN
1	17,62	28,55	9,05	43,95	71,21	$Na_2SiO_3=800g/T$ $Na_2CO_3=200g/T$ $T.tuyển=300g/T$
2	17,62	28,81	9,26	42,76	69,92	
3	17,62	28,62	9,18	43,42	70,52	
4	17,62	28,31	8,96	44,75	71,91	
5	17,62	28,76	9,21	43,01	70,22	
TBinh	17,62	28,61	9,13	43,58	70,75	

Bảng 12. Kết quả mẫu thuốc tuyển chế xuất từ axit béo dầu Lạc và thuốc tập hợp MD-20245 của Thụy điển

	% P_2O_5 quặng tuyển	% P_2O_5 quặng tinh	% P_2O_5 quặng thải	% thu hoạch	% thực thu	Điều kiện TN
T.Tuyểnchế xuất từ Dầu Lạc	17,62	28,52	9,32	42,70	69,80	$Na_2SiO_3=800g/T$ $Na_2CO_3=200g/T$ T.tuyển=300g/T
MD- 202452	17,62	28,55	10,92	38,70	65,20	

Từ kết quả trên ta nhận thấy ở cùng một điều kiện thí nghiệm như nhau về môi trường và chế độ quặng tuyển dầu vào, việc sử dụng axit béo từ dầu Sở thay thế dầu lạc là hoàn toàn có thể được. Điều này hoàn toàn có cơ sở vì hàm lượng axit oleic có trong dầu Lạc thấp hơn từ 25-30% so với dầu Sở mà vai trò tham gia vào quá trình tuyển nổi quặng Apatit lại là axit oleic. Đặc biệt so sánh với thuốc MD-20245 của Thụy điển ở bảng 12 cho ta thấy quặng thải còn chứa hàm lượng P_2O_5 thấp hơn hẳn (ở mẫu thuốc tuyển sản xuất từ dầu Sở quặng thải chứa 9.13% P_2O_5 , còn ở mẫu MD-20245 hàm lượng P_2O_5 có trong quặng thải khá cao tới 10,92%)

2. Kết quả thí nghiệm tuyển sơ bộ với mẫu thuốc tuyển chế xuất từ axit béo dầu Cá.

Bảng 13.

STT	% P_2O_5 quặng tuyển	% P_2O_5 quặng tinh	% P_2O_5 quặng thải	% thu hoạch	% thực thu	Điều kiện TN
1	17,62	28,78	8,59	43,73	73,05	$Na_2SiO_3=800g/T$ $Na_2CO_3=200g/T$ $T.tuyển=300g/T$
2	17,62	29,06	8,94	43,14	71,15	
3	17,62	28,93	8,62	44,31	72,76	
4	17,62	29,15	9,03	42,69	70,63	
5	17,62	29,12	9,02	42,79	70,71	
TBinh	17,62	29,01	8,94	43,53	70,66	

Từ kết quả ở bảng 13 cho thấy việc sử dụng dầu Cá Ngừ và cá Linh làm thuốc tập hợp tuyển nổi quặng Apatit đạt kết quả khả quan, đặc biệt là hàm lượng P_2O_5 trong quặng tinh cao hơn so với thuốc tuyển làm từ dầu lạc và dầu sỏ và MD-20245, quặng thải hàm lượng P_2O_5 thấp hơn hẳn so với thuốc tuyển MD-20245 tới 2 %, điều này có ý nghĩa vô cùng quan trọng trong việc thay thế nguyên liệu làm tăng tính tập hợp và tính chọn lọc của thuốc tuyển và giải quyết được nhược điểm của thuốc cũ DPO-93.

3. Kết quả thí nghiệm tuyển vòng hở và vòng kín mẫu thuốc tuyển VH-2000 tại phòng thí nghiệm của nhà máy Tuyển Apatit Lào cai.

Trên cơ sở axit béo thu hồi từ nguồn phế thải công nghiệp, chúng tôi đã nghiên cứu thay thế 70% axit béo tách ra từ dầu Lạc nguyên chất để chế xuất mẫu thuốc tuyển VH-2000. Kết quả như sau:

Bảng 14.

STT	% P_2O_5 quặng tuyển	% P_2O_5 quặng tinh	% P_2O_5 quặng thải	% thu hoạch	% thực thu	Điều kiện TN
1	17,59	28,89	7,59	46,95	77,11	$Na_2SiO_3=800g/T$ $Na_2CO_3=200g/T$ VH-200 =300g/T (vòng hở)
2	17, 59	29,11	7,78	45,99	76,11	
3	17,59	29,06	7,71	46,28	76,45	
4	17,59	29,10	7,77	46,04	76,16	
5	17,59	29,11	7,76	46,05	76,21	
TBinh	17,59	29,05	7,72	46,26	76,41	
	17,59	33,24	6,25	36,99	75,76	Tuyển vòng kín

4. Kết quả thử nghiệm thuốc tuyển VH-2000 trên dây chuyền Pilot tại nhà máy tuyển quặng Apatit Lào cai

4.1. Một số chỉ tiêu công nghệ thực hiện

- Năng xuất tính theo quặng 3 (18% H_2O) 1000kg/giờ
- Nồng độ bùn phân cấp lấy theo thành kế 25-26%
- Phân cấp hạt - 0.074mm 85-90%
- Nồng độ vào tuyển 35-40%
- Chế độ cạo thuốc tuyển xuất phát:

VH-2000	400 g/tấn quặng 3
tuyển chính	30%
Tiếp xúc	60%
Tuyển vét	10%
Na_2SiO_3	600g/ tấn quặng 3
Na_2CO_3	200g/ tấn quặng 3

Bảng 16.

Ngày	%P ₂ O ₅ quặng tuyển	%P ₂ O ₅ quặng tinh	%P ₂ O ₅ quặng thải	% thu hoạch	% thực thu
1	17,46	33,05	5,91	42,56	80,56
	16,28	33,48	5,97	38,00	78,14
	17,37	33,20	5,35	43,16	82,49
T Bình	17,04	33,24	5,67	41,24	80,40
2	16,48	33,67	5,72	38,50	78,65
	16,57	33,88	5,43	39,16	80,06
	16,08	34,50	5,28	36,96	79,30
T Bình	16,38	34,02	5,48	38,20	79,34
3	16,87	34,15	6,51	37,48	75,87
	16,97	34,42	5,47	39,72	80,57
	15,77	33,17	5,03	38,17	80,28
T Bình	16,54	33,91	5,67	38,46	78,91
4	17,28	33,05	5,18	43,42	83,04
	16,97	33,20	5,65	41,09	80,39
	15,67	34,41	5,43	35,33	77,59
T Bình	16,64	33,55	5,42	39,95	80,34
5	16,37	34,51	5,36	37,77	79,62
	16,67	33,66	5,26	40,18	81,12
	17,08	33,14	5,01	42,91	83,25
T Bình	16,71	33,77	5,21	40,28	81,33
6	16,97	31,56	4,63	45,82	85,22
	15,97	34,30	5,08	37,27	80,05
	16,77	34,44	5,29	39,38	80,88
T Bình	16,57	33,55	5,00	40,82	82,05

7	16,97	33,13	4,79	42,98	83,90	mất điện
	17,00	35,57	5,20	38,85	80,30	
	15,98	34,11	6,01	35,48	75,73	
TBình	16,65	34,27	5,33	39,10	80,31	
8	16,97	33,85	54263	40,96	81,70	
	16,78	33,92	5,05	40,63	82,13	
	16,98	34,94	4,46	419088	84,52	
TBình	16,91	34,24	45920	40,89	82,78	
9	16,77	33,42	4,94	41,54	82,78	
	16,27	33,82	5,35	38,36	79,73	
	16,07	34,51	4,94	37,64	80,83	
TBình	16,37	33,92	5,80	39,18	81,11	
10	16,67	33,40	5,45	40,14	80,43	
	16,38	34,46	4,81	39,02	82,09	
	17,17	33,92	4,82	42,44	83,84	
TBình	16,74	33,93	5,03	40,53	82,12	
11	16,67	34,05	5,43	39,27	80,22	
	16,57	35,20	5,06	38,19	81,12	
	17,17	34,33	5,49	40,50	80,98	
TBình	16,57	34,53	5,33	39,32	80,77	
12	16,77	33,20	4,34	43,07	85,27	
	16,08	33,26	4,74	39,76	82,24	
	16,47	32,68	4,97	41,50	82,35	
TBình	16,44	33,05	4,68	41,44	83,29	
Tbình cả 12 ngày	16,65	33,82	5,23	39,95	81,06	

Kết quả sử dụng thuốc tập hợp VH-2000 trên dây chuyền sản xuất công nghiệp cho thấy:

- Thuốc tuyển VH-2000 có tính tập hợp và chọn lọc cao
- Ít bọt, bọt dòn, dễ vỡ, đáp ứng được công nghệ tuyển của nhà máy khi nâng công suất tuyển lên như thiết kế.
- Hàm lượng P_2O_5 trong quặng thải thấp hơn so với thuốc tuyển MD-20245 của Thụy điển từ 1,2-1,3% làm cho thực thu P_2O_5 và thu hoạch của nhà máy tuyển tăng lên 5-6%.
- Thuốc tập hợp tuyển VH-2000 có biên độ điều chỉnh rộng trong quá trình tuyển vì vậy dễ thích nghi khi quặng đầu vào thay đổi.
- Hiện nay theo đánh giá của nhà máy, thuốc tập hợp tuyển VH-2000 đạt hiệu quả nhất so với các loại thuốc tuyển khác như DPO-93, cũng như MD-20245 của Thụy điển.

VI. TÍNH TOÁN GIÁ THÀNH SẢN PHẨM

1. Tính toán giá thành 100 kg dầu sỡ :

TT	Nguyên liệu	Đơn vị tính	Số lượng	Giá nguyên liệu	Thành tiền (đồng)
1	Hạt sỡ	kg	250	3.000	750.000
2	NaCl	kg	10	1.000	10.000
3	Năng lượng	kw	30	1.000	30.000
4	Công	công	5	30.000	150.000
5	Chi phí khác				50.000
	Tổng				990.000 đ

Tổng chi phí : 990.000 đ

Làm tròn : 1.000.000 đ

100 kg dầu sỡ tính bình quân 1 kg dầu sỡ là 10.000 đ/kg

2. Tính giá thành 100 kg axit béo (oleic) thu hồi từ cặn xà phòng các nhà máy tinh chế dầu thực vật

TT	Nguyên liệu	Đơn vị tính	Số lượng	Giá nguyên liệu	Thành tiền (đồng)
1	Cặn xà phòng	kg	220	2.000	440.000
2	NaOH	kg	20	5.000	100.000
3	H ₂ SO ₄	kg	5	2.000	10.000
4	Năng lượng	kw	10	1.000	10.000
5	Công sản xuất	công	5	3.000	50.000
6	Chi khác				90.000
	Tổng chi phí				700.000 đ
	Giá thành s/phẩm tính cho 1 kg là:				7000 đ

3. Tính giá thành 100 kg dầu gan cá

TT	Nguyên liệu đầu vào	Đơn vị tính	Số lượng	Giá nguyên liệu	Thành tiền
1	Gan cá	kg	300	3.000	900.000
2	Nhiên liệu (than)	kg	100	500	50.000
3	Công	công	3	30.000	90.000
4	Chi khác				100.000
	Tổng				1.140.000 đ

Giá thành cho 1 kg dầu cá là : 11.400 đ/kg

VII. KẾT LUẬN

1. Đề tài đã nghiên cứu thành công công nghệ tách axit béo từ dầu Sở và ứng dụng chúng để điều chế thuốc tập hợp tuyến quặng Apatit loại III Lào cai. Axit béo tách từ dầu Sở có hàm lượng axit oleic là 85%, cao hơn hẳn dầu Lạc là 57-62%. Đồng thời giá thành dầu Sở thấp hơn dầu Lạc từ 20-25%.
2. Khảo sát và nghiên cứu thành công công nghệ thu hồi axit béo chứa hàm lượng axit oleic (như dầu Lạc) từ nhà máy tinh luyện dầu thực vật. Nguyên phế thải công nghiệp này chiếm tỷ lệ 8-10% của các nhà máy tinh luyện dầu lạc và dầu Vừng. Giá thành của axit béo thu hồi chỉ bằng 60% giá dầu Lạc hiện nay đang dùng.
3. Khảo sát và nghiên cứu thành công công nghệ thu hồi dầu gan cá Ngừ và cá Linh từ khu chế xuất thủy hải sản thay thế một phần axit béo oleic để điều chế thuốc tập hợp VH-2000, mang lại kết quả khả quan, đặc biệt nâng cao hẳn chất lượng thuốc tuyến so với thuốc DPO-93. Có thể nói đây là một phát hiện mới của đề tài và đã thành công khi đưa vào sản xuất.
4. Đã phối chế thành công thuốc tập hợp VH-2000 có sự tham gia của axit béo do đề tài tạo ra và đã nghiên cứu ứng dụng vào sản xuất công nghiệp, tạo ra khả năng cạnh tranh với thuốc ngoại nhập, hay nói cách khác với thuốc tuyến VH-2000, chúng ta có thể thay thế hoàn toàn thuốc nhập ngoại và mang lại hiệu quả cao hơn.
5. Đã sản xuất thành công axit béo thu hồi từ phế thải công nghiệp và cây công nghiệp với quy mô công nghiệp (đã sản xuất hàng chục tấn sản phẩm để đưa vào sản xuất)

Analyse File : 1-THANH.C00

!!! WELCOME TO SCHIMADZU SHIMADZU INSTITUTE OF CHEMISTRY (MCONST)!!!

MAI QUAY TRON MAY SAC KY-CC 17A 1

Sample : THANH MAI AXIT DEO DAI CA THU HOI

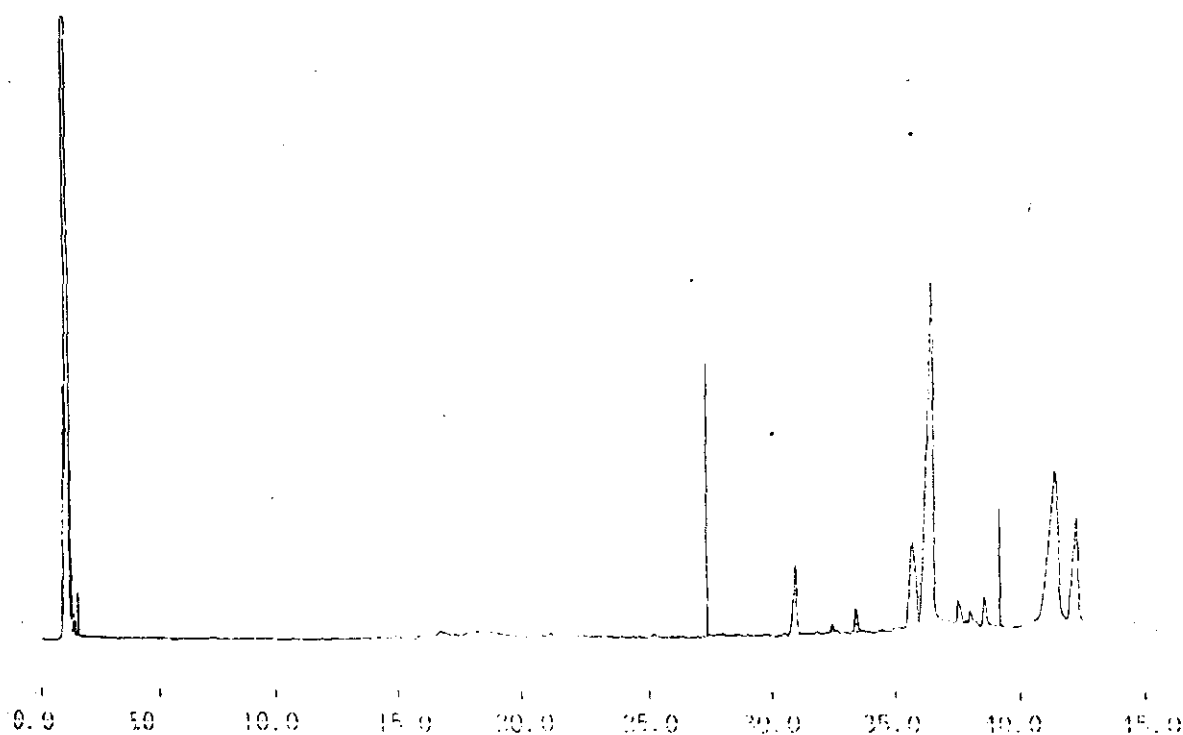
QIN CHRONO TRINH TO CO.....TO 200 # FLOWRATE 40

COLUMN CDD5 M05 025 TIRI 24000 TAI 250 40

Q-11A CHROMATOPAC CH-1 REPORT No. 12

DATA 1: DUNG.C35

01/01/20 08:01:06



++ CALCULATION REPORT ++

CH	PKNO	TIME	AREA	HEIGHT	MR	CONC.	NAME
1	1	30.930	4931	492		5.0757	
	2	31.137	489	70		0.407	
	3	33.415	1532	208		1.5769	
	4	35.64	10166	591		10.4039	
	5	36.456	9117	579		10.3378	
	6	37.106	1871	208		1.9363	
	7	37.086	736	192		0.7573	
	8	38.581	1901	211		1.9568	
	9	41.458	25091	958		26.7561	
	10	42.315	10340	700		10.6523	
TOTAL			97151	5786		100	

Analysh File : 1:THANH.C00

!!! WELCOME TO SCHMIDT SHIMADZU INSTITUTE OF CHEMISTRY (NCHST) !!!

MAU CHAY TRON MAY SAC KY GC-17A)

Sample : THANH MAU AXIT BEO DAO LAC

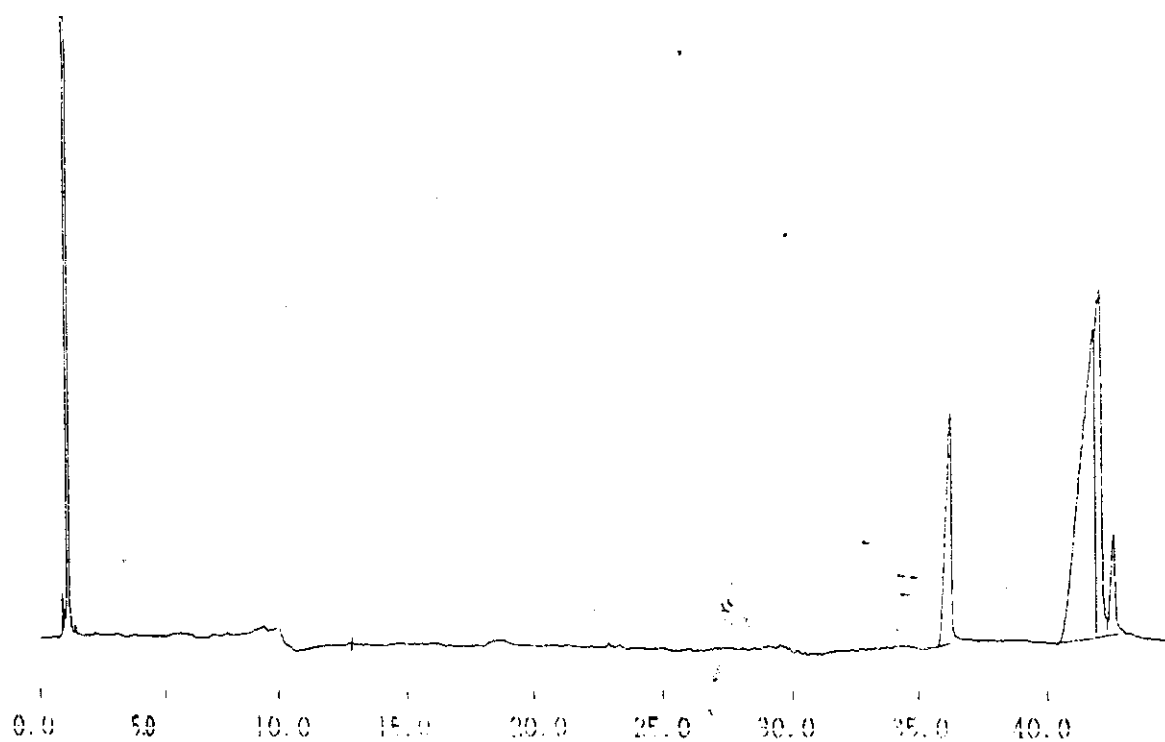
CHAI CHUONG TRINH T4-60.....T6-200 # FLOWRATE 40

COLUMN CPD5 M25 025 TIn 2403C TIn 250 3C

C W1 CHROMATOGRAPH CH-1 REPORT No. -2

DATA 1:DUNG.C33

01/04/10 10:36:30



++ CALCULATION REPORT ++

CH	PKNO	TIME	AREA	HEIGHT	MR	PDNO	CONC	NAME
1	1	36.244	23100	1390			15.0434	
	2	41.893	8150	1003			50.3181	
	3	42.150	32581	2250	V		22.4896	
	4	42.617	766	665	V		5.2180	
TOTAL			143882	6304			100	

Analysis File : 1:THANH.C00

!!! WELCOME TO SCHMIDT- SHIMADZU INSTITUTE OF CHEMISTRY (NCSST)!!!

MAU CHY THIEN MAY SAC KY CC 17A)

Sample : THANH MAU AXIT DEO DAI SO

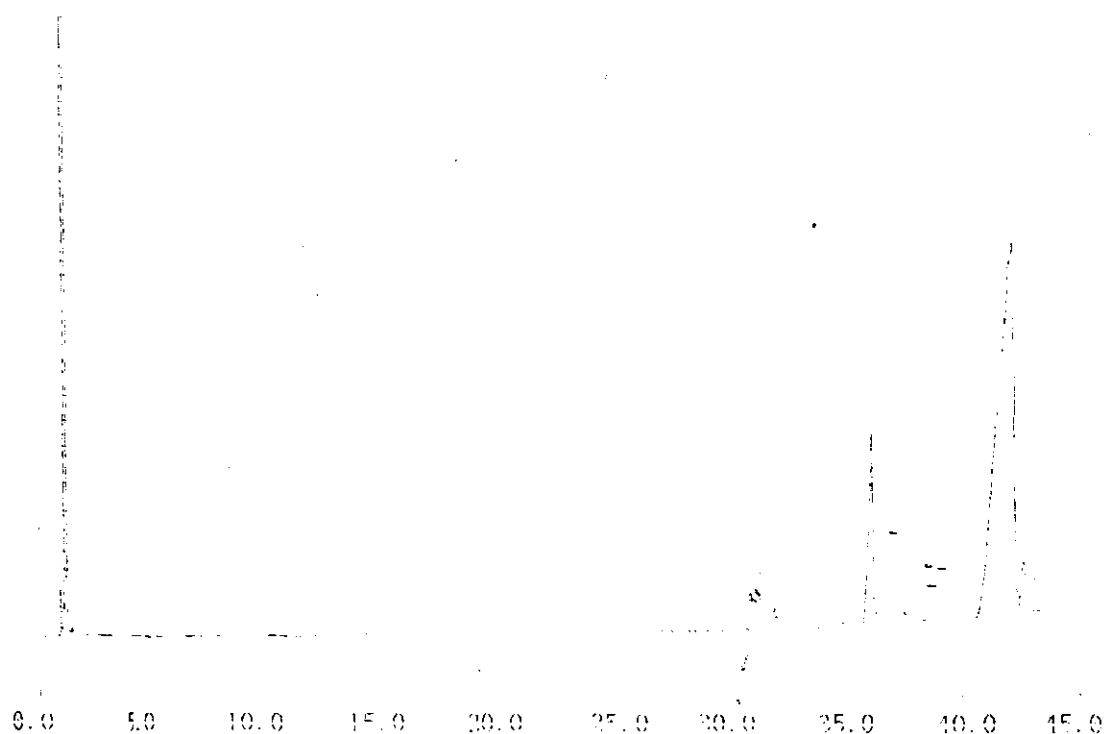
CHAI CHUONG TRINH T4 60.....Tc 200 # FLOWRATE 10

COLUMN CPB5-M25-025 Time 240dc TRU 250 dc

C R4 CHROMATODAC CH-1 REPORT No. 4

DATA 1:DUNG.C34

01/04/19 11:41:00



** CALCULATION REPORT **

CH PRNO	TIME	AREA	HEIGHT	PK	TIME	CONC	NAME
1	36.207	15709	1227			12.000	
2	42.214	112428	2400			85.1057	
3	42.58	9336	274	V		2.5354	
TOTAL		131503	1001			100	

Analysis File : 1:THANH.C00

!!! WELCOME TO SCHIMDT SHIMADZU - INSTITUTE OF CHEMISTRY (NCHST)!!!

MAU CHY THEN MAY SAC KY CO-17A)

Sample : THANH MAU AXIT DEO DAO CA 1

CHAY DIKONG TRINH TI (0. 10-200 # FLOWRATE 40

COLUMN CDB5-M25-025 TIR 2404C TBI 250 4C

C 17A CHROMATOPAC CH-1 REPORT No. -7

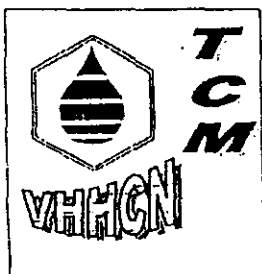
DATA-1: DUNG.C36

01/04/10 14:45:14



++ CALCULATION REPORT ++

CH	IRNO	TIME	AREA	HEIGHT	MR	FOUND	CONC	NAME
1	1	30.045	4307	147			5.1706	
	2	33.434	1872	104			1.6271	
	3	35.562	7007	300			8.3115	
	4	30.460	87553	2007	V		11.5403	
	5	37.500	1120	125			1.11	
	6	39	508	72			0.6027	
	7	39.506	1205	200			2.1107	
	8	41.431	10507	787			23.2447	
	9	42.321	10008	701			13.0385	
		TOTAL	84306	5021			100	



VIỆN HOÁ HỌC CÔNG NGHIỆP-TRUNG TÂM PHỤ GIA DẦU MỎ

**PHÒNG THỬ NGHIỆM
HOÁ CHẤT & VẬT LIỆU**

Phòng thử nghiệm được Văn phòng công nhận chất lượng công nhận theo
Quyết định số 71/2000/QĐ-CNCL ngày 04-12-2000 phù hợp với
TCVN 5958:1995(ISO/IEC GUIDE 25) mang số hiệu VILAS 067

CHỨNG NHẬN KẾT QUẢ THỬ NGHIỆM Số:1064/TV

Tên mẫu thử : Dầu cá
Ký hiệu : MẪU III
Người gửi mẫu : Mai ngọc Chúc
Địa chỉ cơ quan : VIỆN TRƯỞNG, VIỆN HOÁ HỌC CÔNG NGHIỆP

TT	CHỈ TIÊU	ĐƠN VỊ	KẾT QUẢ	GHI CHÚ
1	Hàm lượng nước	% wt	0,09	
2	Chỉ số Axít	mg KOH/g	8,0	
3	Chỉ số Iôt	g Iôt/100g	155,0	

Hà nội ngày 23 tháng 3 năm 2001

GD TRUNG TÂM
PHỤ GIA-DẦU MỎ

TRƯỞNG PHÒNG
THÍ NGHIỆM

Nguyễn công Bắc



*Ghi chú: -Kết quả chỉ có giá trị đối với mẫu thử

-Không được sao chụp nếu không có sự đồng ý của trường phòng thử nghiệm

- Các kết quả của nhà thầu phụ có ghi dấu sao và được chủ thích ghi rõ tên nhà thầu phụ

Địa chỉ: Cầu vượt-Cầu Điện-Từ Liêm

D.T. và Fax.: 7.644.896

Address: Cầu vượt-Cầu Điện-Từ Liêm

Tel. & Fax.: 7.644.896



VIỆN HOÁ HỌC CÔNG NGHIỆP-TRUNG TÂM PHỤ GIA DẦU MỎ

**PHÒNG THỬ NGHIỆM
HOÁ CHẤT & VẬT LIỆU**

Phòng thử nghiệm đã được Văn phòng công nhận chất lượng công nhận theo
Quyết định số 71/2000/QĐ-CNCL ngày 04-12-2000 phù hợp với
TCVN 5958:1995(ISO/IEC GUIDE 25) mang số hiệu VILAS 067

CHỨNG NHẬN KẾT QUẢ THỬ NGHIỆM Số:1213/TV

Tên mẫu thử : Dầu lạc
Ký hiệu : MẪU 01/8
Người gửi mẫu : Mai Ngọc Chúc
Địa chỉ cơ quan : VIỆN TRƯỞNG, VIỆN HOÁ HỌC CÔNG NGHIỆP

TT	CHỈ TIÊU	ĐƠN VỊ	KẾT QUẢ	GHI CHÚ
1.	Hàm lượng nước	%Wt	0,07	
2.	Chỉ số Axit	mg KOH/g	19,4	
3.	Chỉ số Iôt	g Iot/100g	90,2	

Hà nội ngày 02 tháng 8 năm 2001

GD TRUNG TÂM

TRƯỞNG PHÒNG

PHỤ GIA-DẦU MỎ

THÍ NGHIỆM



Nguyễn công Bắc

Hà Văn Lộc

***Ghi chú:** -Kết quả chỉ có giá trị đối với mẫu thử

-Không được sao chụp nếu không có sự đồng ý của trưởng phòng thử nghiệm

-Các kết quả của nhà thầu phụ có ghi dấu sao(*) và được chủ thích ghi rõ tên nhà thầu phụ.

Địa chỉ: Cầu vượt-Cầu Diễn-Từ Liêm - HN

Address: Cầu vượt-Cầu Diễn-Từ Liêm-Hanoi

Đ.T. và Fax:7644896

216

Tel. & Fax.:7644896

E-mail :phugiavienhoa@hn.vnn.vn

E-mail :phugiavienhoa@hn.vnn.vn

PHỤ LỤC 5

TỔNG CÔNG TY HOÁ CHẤT VIỆT NAM
VIỆN HOÁ HỌC CÔNG NGHIỆP
=====***=====

BÁO CÁO KẾT QUẢ NGHIÊN CỨU

*Đề tài : Nghiên cứu nâng cao chất lượng thuốc tuyến nổi quặng
Apatit loại III Lào cai*

Cơ quan chủ trì : Viện hoá học công nghiệp
Viện trưởng Viện hoá học công nghiệp

Mai Ngọc Chúc

*Phòng chất hoạt động bề mặt
Hà nội tháng 8-2001*

Trong khuôn khổ đề tài cấp Tổng công ty năm 1998, phòng chất hoạt động bề mặt-Viện hoá học công nghiệp đã thành công trong việc nghiên cứu oxyhoá trực tiếp Parafin lỏng nhập từ Trung Quốc thay thế Parafin tách từ dầu DO. Kết quả nghiên cứu đã được ứng dụng vào sản xuất tại xưởng thuốc tuyển. Viện hoá học công nghiệp năm 1999 đã sản xuất được 50 Tấn cung cấp cho công ty Apatit Việt Nam.

Tuy nhiên thuốc tuyển DPO - 93 khi đưa vào sử dụng tại nhà máy tuyển còn có một số nhược điểm so với thuốc tuyển MD 20245 của Thụy Điển: bột dai khó đập, hàm lượng quặng thải cao, thu hoạch và thực thu thấp hơn, giá thành xuất xưởng còn cao. Chính vì những lý do trên việc nghiên cứu nhằm nâng cao chất lượng thuốc tuyển DPO - 93 là cần thiết nhằm từng bước thay thế thuốc tuyển nước ngoài.

Mục tiêu của đề tài:

- Làm chủ kỹ thuật oxyhoá parafin nhằm sản xuất DO với chỉ tiêu kỹ thuật mong muốn.
- Nâng cao chất lượng của thuốc tuyển DPO - 93 khi áp dụng tuyển công nghiệp tăng tỷ lệ thu hoạch và thực thu.
- Hàm lượng quặng tinh đạt > 32 %
- Hàm lượng quặng thải đạt < 6 %
- ứng dụng kết quả nghiên cứu oxyhoá parafin để sản xuất thuốc tuyển cung cấp cho công ty Apatit Việt Nam.

Nội dung của đề tài:

- Nghiên cứu oxyhoá trong phòng thí nghiệm các phân đoạn Parafin có nhiệt độ sôi khác nhau.
- Nghiên cứu phân đoạn có nhiệt độ sôi 260 - 350 °C nhằm tăng CSA của phân hoạt chất, cải thiện tính chất bột.
- Nghiên cứu công nghệ trung hoà, lắng tách sản phẩm.
- Nghiên cứu sự ảnh hưởng của lượng dầu trong sản phẩm đến chất lượng thuốc tuyển.
- Phối hợp với PO - 93 chế tạo thành thuốc tuyển cho quặng Apatit loại III để nghiên cứu trong phòng thí nghiệm.
- Hoàn thiện quy trình công nghệ, ứng dụng vào sản xuất.
- Xây dựng các chỉ tiêu chất lượng mới của thuốc tuyển.

I. GIỚI THIỆU SẢN PHẨM DPO 93A

Thuốc tập hợp để tuyển quặng apatít loại III Lào cai của Viện hoá học Công nghiệp gồm 2 phần chính là DO-93A và PO 93A. Được phối trộn với nhau theo một tỷ lệ thích hợp.

DO 93 : là chế phẩm của hỗn hợp các axit và các sản phẩm hữu cơ chứa oxy khác tách ra trong quá trình oxyhoá phân đoạn parafin lỏng thích hợp, được trung hoà và phối chế với các phụ gia.

DO 93A có các chỉ tiêu thương phẩm sau :

- Dạng lỏng, màu nâu sẫm.
- Hàm lượng hoạt chất hữu cơ 45 - 50 %.
- Chỉ số axit phần hữu cơ > 100.

DO 93A được điều chế theo quy trình công nghệ sau:

1. Oxyhoá parafin lỏng thành hỗn hợp axit hữu cơ.
2. Trung hoà hỗn hợp axit hữu cơ, phối chế phụ gia và điều chỉnh thành

thương phẩm .

PO 93A : là chế phẩm của quá trình xà phòng hoá dầu thực vật được phối trộn thêm phụ gia để tăng cường tính chọn lọc.

PO 93A có các chỉ tiêu thương phẩm sau :

- Dạng sản phẩm đặc, hơi vàng.
- Hàm lượng hoạt chất : 20 %.
- Chỉ số axit phần hoạt chất > 180.
- Chỉ số iốt phần hoạt chất > 90.

PO 93A được điều chế theo quy trình công nghệ gồm các công đoạn chính sau :

1. Xà phòng hoá dầu thực vật.
2. Phối chế phụ gia và điều chỉnh thành thương phẩm.

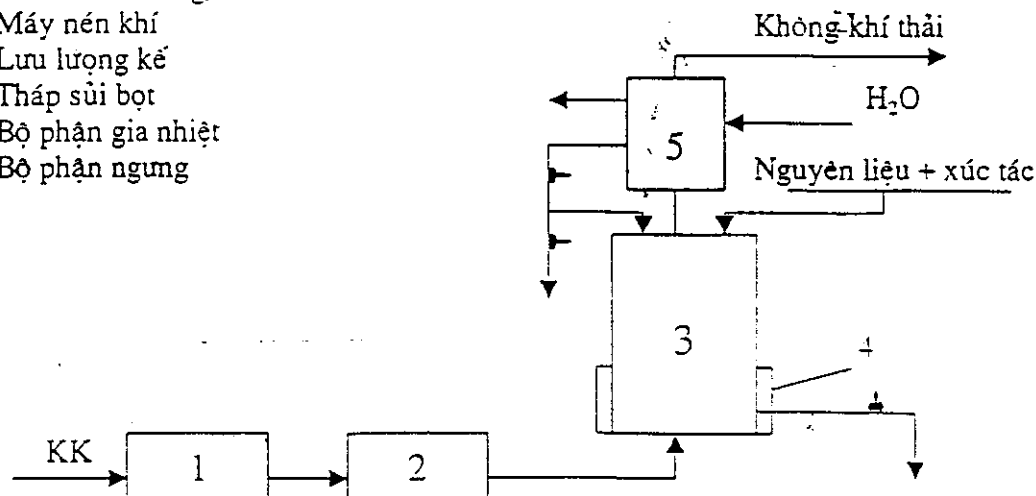
Để tài tập trung nghiên cứu vào việc cải thiện tính chất của sản phẩm DO là thành phần gây ảnh hưởng lớn đến tính chất bọt, tính tập hợp của hỗn hợp sản phẩm thuốc tuyển. Nghiên cứu quá trình oxyhoá parafin lỏng phân đoạn 260-350 °C nhằm tăng chỉ số axit của sản phẩm DO.

II. KẾT QUẢ NGHIÊN CỨU:

1. Sơ đồ thí nghiệm:

Các thí nghiệm oxyhoá trong PTN được thực hiện trên hệ thống oxyhoá thủy tinh cỡ 100 - 150 g/mẻ.

1. Máy nén khí
2. Lưu lượng kế
3. Tháp sủi bọt
4. Bộ phận gia nhiệt
5. Bộ phận ngưng



Tháp oxyhoá làm việc theo nguyên tắc tháp sôi bọt. Tháp có đường kính $\Phi = 20$ mm chiều cao $h = 800$ mm. Để ngưng tụ các hợp chất dễ bay hơi và nước phản ứng, phía trên tháp nối với sinh hàn hồi lưu và bộ phận tách nước, các hợp chất dễ bay hơi được ngưng tụ và quay lại tháp phản ứng, Nước do phản ứng sinh ra được tách ra ngoài qua bộ phận tách nước.

Nhiệt độ phản ứng được điều khiển tự động bằng rơ le nhiệt với độ chính xác $\pm 1^\circ\text{C}$. Không khí đưa vào nhờ máy nén khí qua lưu lượng kế và sục vào phía dưới tháp oxyhoá. Parafin lỏng và xúc tác đưa vào phía trên của tháp. Các mẫu phân tích và sản phẩm được lấy ra qua van dưới đáy tháp.

2. Kết quả oxyhoá các mẫu Parafin lỏng khác nhau:

Nhằm khảo sát ảnh hưởng của chiều dài mạch cacbon đến công nghệ oxyhoá, chỉ số axit của sản phẩm, tính chất bột của sản phẩm khi tuyển nổi để tìm ra loại Parafin thích hợp chúng tôi đã tiến hành khảo sát một loạt các thí nghiệm oxyhoá các mẫu Parafin có khoảng nhiệt độ sôi khác nhau và tạo ra lượng thuốc tuyển để thử tuyển quặng Apatit loại III trên các mẫu Parafin đó.

Kết quả oxyhoá ở bảng 1.

Kết quả TN tuyển ở bảng 2.

Bảng 1: Kết quả oxyhoá các mẫu Parafin lỏng

Chế độ phản ứng: Lượng Parafin lỏng : 100 g

Vận tốc sục khí : 100 l/h

Xúc tác : 0.1 %

Nhiệt độ phản ứng : 150°C

Thời gian phản ứng : 5 giờ

	M_0 P lỏng tách từ DO	M_1	M_2	M_3	M_4	M_5	M_6
Khoảng t ^o sôi $^\circ\text{C}$	292-362	202-381	260-385	268-397	270-390	230-360	260-350
CSA oxydat mg KOH/g	42,5	59,5	49	46	50,5	47	48,4
CSA sản phẩm mg KOH/g	117,7	140	100	95,5	96	122,6	132,9

**Bảng 2: Kết quả TN tuyển sơ bộ với các mẫu thuốc tuyển
chế xuất từ các loại Parafin lỏng khác nhau**

TN-SP	Trọng lượng (gam)	Thu hoạch %	Hàm lượng % P_2O_5	V bột	ĐKTN
M_0					
Quặng tinh	90,5	46,05	26,5	1200	Na_2SiO_3 : 1200 g/T
Quặng thải	106	53,95	8,91	410	M_0/PO_{93} : 240/160
Cộng	196,5	100	17,01		
M_1					
Quặng tinh	98	49,7	25,7	1300	Na_2SiO_3 : 1200 g/T
Quặng thải	99	50,3	8,64	430	M_1/PO_{93} : 240/160
Cộng	197	100	17,1		
M_2					
Quặng tinh	127	61,4	22,4	1600	Na_2SiO_3 : 1200 g/T
Quặng thải	80	38,6	8,17	480	M_2/PO_{93} : 240/160
Cộng	207	100	16,9		
M_3					
Quặng tinh	112	57,6	22,99	2200	Na_2SiO_3 : 1200 g/T
Quặng thải	82,5	42,4	9,39	460	M_3/PO_{93} : 240/160
Cộng	194,5	100	17,22		
M_4					
Quặng tinh	111	56,6	23,31	2700	Na_2SiO_3 : 1200 g/T
Quặng thải	85	43,4	8,58	460	M_4/PO_{93} : 240/160
Cộng	196	100	16,92		
M_5					
Quặng tinh	92	47,8	26,08	900	Na_2SiO_3 : 1200 g/T
Quặng thải	100,5	52,2	8,84	360	M_5/PO_{93} : 240/160
Cộng	192,5	100	17,08		
M_6					
Quặng tinh	102	52,6	25,11	1000	Na_2SiO_3 : 1200 g/T
Quặng thải	92	47,4	8,13	400	M_6/PO_{93} : 240/160
Cộng	194	100	17,06		
MD					
Quặng tinh	87	44,7	26,75	500	Na_2SiO_3 : 600 g/T
Quặng thải	107,5	55,3	9,12	300	Na_2CO_3 : 200 g/T
Cộng	194,5	100	17,01		MD : 400 g/T
MTK					
Quặng tinh	118,5	61,1	22,98	1800	Na_2SiO_3 : 1200 g/T
Quặng thải	75,5	38,9	8,17	500	MTK : 400 g/T
Cộng	194	100	17,22		

Ghi chú : các TN trên làm trên máy tuyển 0.75 l lượng quặng III 200 gam, hàm lượng P_2O_5 quặng đầu vào là 17,16.

Khảo sát các TN oxyhoá cho thấy các mẫu M_1 , M_5 , M_6 cho sản phẩm có CSA cao tương tự như M_0 (tách ra từ dầu DO).

Các kết quả tuyển sơ bộ các mẫu M_1 , M_5 , M_6 có độ dai bột nhỏ hơn của M_2 , M_3 , M_4 trong đó mẫu M_5 có thể tích bột nhỏ nhất trong các mẫu Parafin. Từ đó chúng tôi chọn mẫu M_5 làm đối tượng để nghiên cứu. Để thay thế cho Parafin lỏng mẫu M_2 .

Nghiên cứu ảnh hưởng của tốc độ sục khí lên quá trình phản ứng.

Bảng 3 :Ảnh hưởng của tốc độ sục khí lên quá trình phản ứng.

Lượng Parafin : 100 g Nồng độ xúc tác : 0,1 %
 T^o phản ứng : 140°C Thời gian phản ứng : 5 giờ

Vkk l/h	CSA mg KOH/g	CSX mg KOH/g	CSE mg KOH/g
60	15,40	77,8	62,4
80	28,00	112,5	84,5
100	37,50	131,3	93,8
120	40,56	135,3	94,7

Bảng 4

Lượng Parafin : 100 g Nồng độ xúc tác : 0,1 %
 T^o phản ứng : 140°C Thời gian phản ứng : 10 giờ

Vkk l/h	CSA mg KOH/g	CSX mg KOH/g	CSE mg KOH/g
60	38,50	104	65,5
80	50,20	126,6	76,4
100	55,46	135,26	79,8
120	61,50	155,4	93,9

Bảng 5

Lượng Parafin : 50 g Nồng độ xúc tác : 0,1 %
 Dầu thu hồi : 50 g
 T^o phản ứng : 140°C Thời gian phản ứng : 5 giờ

Vkk l/h	CSA mg KOH/g	CSX mg KOH/g	CSE mg KOH/g
60	44,5	138,4	93,9
80	45,9	143,0	97,1
100	47,3	142,6	95,3
120	50,0	149,9	99,9

Bảng 6

Lượng Parafin : 50 g Nồng độ xúc tác : 0,1 %
 Dầu thu hồi : 50 g
 T^o phản ứng : 145^oC Thời gian phản ứng : 5 giờ

Vkk l/h	CSA mg KOH/g	CSX mg KOH/g	CSE mg KOH/g
60	45,6	142,0	96,4
80	49,2	146,8	97,6
100	56,5	154,3	97,8
120	60,5	159,0	98,5

Áp dụng các kết quả nghiên cứu trong PTN vào sản xuất công nghệ chế tạo thuốc VH_{2K2}.
 Thay đổi chế độ công nghệ chế tạo DO.

Vkk : 60 m³/h

T^o phản ứng : 145 °C

Thời gian phản ứng : 5 -6 giờ

Kết hợp với sử dụng phân đoạn Parafin M₂ đã cải thiện tính chất bột của thuốc.

Nghiên cứu ảnh hưởng của lượng dầu trong sản phẩm (hợp chất chứa oxy không xà phòng hoá) đến chất lượng thuốc tuyến.

Bảng 7

TN-SP	Trọng lượng (gam)	Thu hoạch %	Hàm lượng % P ₂ O ₅	V bột	Hàm lượng dầu
TN- 1					
Quặng tinh	88,5	43,28	26,57	650	0
Quặng thải	116	56,72	9,13	250	
Cộng	204,5	100	16,68		
TN - 2					
Quặng tinh	86	42,57	26,85	650	0,5
Quặng thải	116	57,43	9,22	230	
Cộng	202	100	16,46		
TN -3					
Quặng tinh	82	40,0	26,9	620	1
Quặng thải	123	60,0	9,59	230	
Cộng	205	100	16,51		
TN - 4					
Quặng tinh	79,5	39,07	27,69	550	2
Quặng thải	124	60,93	9,64	240	
Cộng	203,5	100	16,69		

TN - 5					
Quặng tinh	80,5	40,15	27,28	550	3
Quặng thải	120	59,85	9,18	260	
Cộng	200,5	100	16,48		
TN - 6					
Quặng tinh	71	34,98	28,3	550	5
Quặng thải	132	65,02	10,19	250	
Cộng	203	100	16,52		

Điều kiện thí nghiệm : Na_2SiO_3 : 600 g/T
 Na_2CO_3 : 150 g/T
Thuốc tập hợp : 350 g/T

Từ các nghiên cứu về ảnh hưởng của hàm lượng các chất không xà phòng hoá đến chất lượng thuốc tuyển cho thấy lượng dầu trong DO không làm tăng thể tích bọt tuyển nổi.

Khi tăng dần lượng từ 1 đến 5 % trong DO thì bọt tuyển nổi giảm (giảm đi độ dài bọt). Khi tăng lượng dầu lên quá 5% thì thể tích bọt không giảm mà tính tập hợp của thuốc lại giảm đi.

Vì vậy trong sản phẩm cần khống chế để lượng dầu dư khoảng 2-3% không nhiều, thiết phải khống chế < 1% .

III. NGHIÊN CỨU TRONG PHÒNG THÍ NGHIỆM NHÀ MÁY TUYỂN QUẶNG APATIT VIỆT NAM.

Người chủ trì : KS Nguyễn Văn Tạo

Sau các thí nghiệm tuyển sơ bộ đối với các mẫu thuốc tuyển đã cải tiến tại Viện Hoá Học Công Nghiệp. Để tài đã tiến hành chế tạo một loại mẫu thuốc tuyển để thực hiện thí nghiệm tại phòng thí nghiệm của nhà máy tuyển quặng Apatit Việt Nam cho gần điều kiện sản xuất thực tế của nhà máy.

Năm 1999, 2000, 2001 nhà máy tuyển sản xuất theo công nghệ không tách tang sót, không khử Slam, độ mịn nghiền 75 - 80% cấp hạt 0,074 mm, công nghệ này có khác biệt nhiều so với công nghệ thiết kế cũ do Liên Xô xây dựng. Vì vậy thuốc tuyển mới do Viện hoá nghiên cứu ra phải thoả mãn sản xuất được theo công nghệ hiện tại. Để kết quả đánh giá thuốc tuyển được chính xác, gần với điều kiện sản xuất công nghiệp sau mỗi lần điều chế ra một chế phẩm mới, Viện hoá đã chuyển lên cho Nhà máy nghiên cứu tuyển trong phòng ngay tại nhà máy, tất cả các thí nghiệm này đều sử dụng bùn, nước lấy ngay trên dây chuyền công nghiệp nhằm loại bỏ các sai số có thể xảy ra khi tiến hành thí nghiệm do mẫu bùn quặng gây nên.

Kết quả nghiên cứu các mẫu thuốc tuyển mới

1. Mẫu thuốc D01, M5

Tháng 1/2000 Viện hoá điều chế một số chế phẩm để thay thế cho loại thuốc PO93, còn chế phẩm DO dừng lại ở loại D01. Nhiệm vụ nghiên cứu đợt này là lựa chọn ra được thuốc PO mới và tỷ lệ phối trộn thích hợp PO, DO.

Điều kiện tiến hành thí nghiệm

- Chất lượng bùn tuyển, độ mịn nghiền theo thực tế lấy tại thời điểm tiến hành thí nghiệm. Nước dùng pha chế thuốc tuyển bổ sung khi thí nghiệm là nước cấp cho sản

xuất tại thời điểm đó. Như vậy mẫu bùn nước đã phản ánh tính đồng nhất với điều kiện sản xuất thực tế, do vậy kết quả thí nghiệm sát với thực tế sản xuất hơn.

- Chế độ và chi phí các loại thuốc tuyển: Vì số lượng mẫu thuốc nhiều, thời gian nghiền cứu có hạn nên không thể khảo sát tỷ mỹ từng loại thuốc mà tiến hành có tính phân loại sơ bộ ngay từ đầu trong cùng điều kiện thí nghiệm. Mẫu thuốc sau khi tìm ra chuyển sang bước nghiền cứu chi tiết hơn.

Kết quả khảo sát sơ bộ xem bảng 1

Bảng 1: Kết quả thử nghiệm sơ bộ với các mẫu thuốc PO

Thuốc tập hợp	Chi phí g/T	Thu hoạch Q.tính %	Hàm lượng		K II	Ghi chú
			Q. tinh	Q. thải		
M1+DO	320	46.08	25.61	9.20	2.04	Điều kiện I
DO1+DO	320	48.29	25.61	8.04	2.80	
M6+DO	320	43.73	24.89	11.16	2.64	
M0+DO	320	47.12	24.20	8.97	2.03	
M5+DO	320	31.48	27.42	11.57	2.39	
M+DO	320	44.01	25.36	8.82	2.97	

Thuốc tập hợp	Chi phí G/T	Thu hoạch Q.tính %	Hàm lượng		K II	Ghi chú
			Q. tinh	Q. thải		
M1-DO	320	49.98	23.90	8.82	2.47	Điều kiện II
DO1+DO	320	50.24	23.47	8.91	3.03	
M6+DO	320	47.98	23.13	9.39	3.38	
M0+DO	320	53.12	23.47	8.58	2.87	
M5+DO	320	34.28	26.69	10.07	2.25	
M+DO	320	50.78	23.81	8.48	2.43	

Kết quả khảo sát sơ bộ với các mẫu thuốc PO (M1, PO1, M6, M0, M5,M) ở hai chế độ thủy tinh lỏng khác nhau cho kết quả quặng thải khá cao, quặng tinh mẫu thuốc dùng M5 cao hơn cả, hệ số tạo bột chấp nhận được. mẫu thuốc này có thể nghiền cứu tiếp. Các mẫu thuốc PO còn lại có độ chọn lọc quặng tinh thấp, hệ số tạo bột tương đối lớn.

Nghiên cứu lựa chọn tổ hợp thuốc tuyển hợp lý sử dụng PO là M5

Mặc dù thuốc tuyển M5 nghiền cứu ở thí nghiệm chưa đạt yêu cầu. Song để có định hướng cho việc điều chế các chế phẩm thuốc mới vẫn tiến hành khảo sát chi tiết thuốc này.

Để có cơ sở chuyển sang thí nghiệm vòng hở và thí nghiệm vòng kín đã khảo sát chi tiết với thí nghiệm sơ bộ theo các tổ hợp thuốc sau (xem bảng 2)

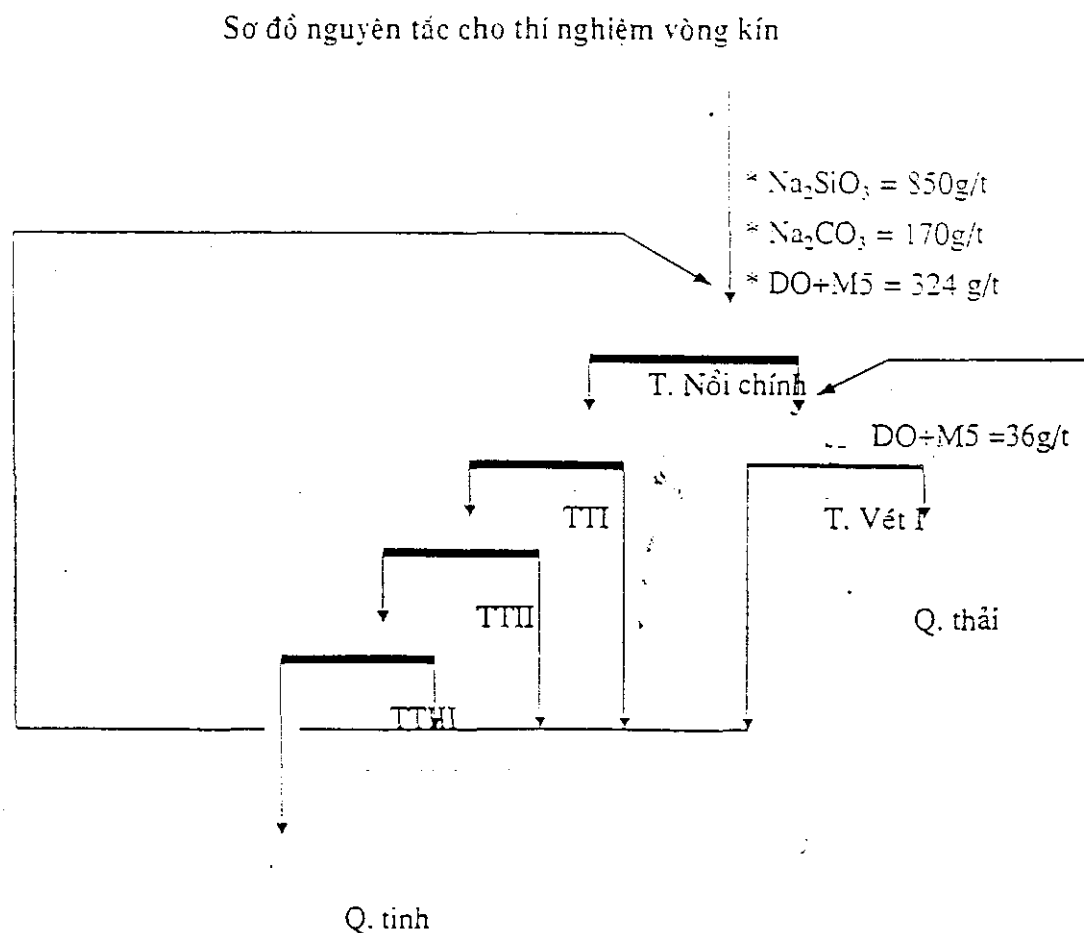
Bảng 2: Kết quả khảo sát chi tiết ở thí nghiệm sơ bộ với mẫu thuốc M5

STT	Chi phí thuốc G/T			Thu hoạch	Hàm lượng		KII	Ghi chú
	DO1+M5 DO/PO=60/40	Na_2SiO_3	Na_2CO_3		Q.tinh	Q.thải		
1	320	600	200	33.81	26.72	11.61	3.38	
2	320	800	200	32.40	26.11	10.93	2.85	
3	360	800	200	31.14	27.33	10.61	2.73	
4	400	1000	200	47.35	26.21	7.00	2.49	

Sau khi khảo sát thí nghiệm vòng hồ với tổ hợp thuốc tuyển theo thí nghiệm 4 (bảng 2), chi phí thuốc cho thí nghiệm vòng kín xác định được là:

$\text{Na}_2\text{SiO}_3 = 850\text{g/t}$, $\text{Na}_2\text{CO}_3 = 170\text{g/t}$, DO+M5 = 360 g/t

Sơ đồ nguyên tắc cho thí nghiệm vòng kín, xem hình 3:



Thuỷ tinh lỏng và soda được cấp 100% vào khuấy tiếp xúc, DO+M5 cấp phân đoạn làm 2 điểm : 90% vào khuấy còn lại 10% vào tuyến vệt. Kết quả thí nghiệm vòng kín xem bảng 3

Bảng 3:

Thuốc G/T			Quặng tinh			Q. thải	KII	E
DO+M5	Na ₂ SiO ₃	Na ₂ CO ₃	β %P ₂ O ₅	γ %	ϵ %	%P ₂ O ₅		
360	850	170	32.52	30.52	63.62	8.17	2.49	132.63

Kết luận: Thuốc tuyến DO1+M5 có tính chất bọt tốt , chất lượng quặng tinh đạt yêu cầu nhưng quặng thải còn cao hiệu quả tuyến nổi (E) thấp.

2. Mẫu thuốc DO, CH80

Để khắc phục nhược điểm của tổ hợp thuốc tuyến DO1+M5, Viện hoá tiếp tục cải thiện thuốc tuyến PO sang dạng thuốc mới có ký hiệu từ CH50, CH60, CH70, và CH80, vì vậy cần lựa chọn ra được một loại CH trong số 4 mẫu CH trên để kết hợp với thuốc tuyến DO dùng cho nghiên cứu thí nghiệm vòng hở và thí nghiệm vòng kín.

Sơ đồ thí nghiệm sơ bộ xem hình 1. Điều kiện: bùn, nước dùng làm thí nghiệm theo thực tế sản xuất thời gian tiến hành nghiên cứu. Chi phí thuỷ tinh lỏng dùng để chìm đất đá phi quặng, soda điều chỉnh môi trường và tỷ lệ DO / CH giữ ở mức tương đương nhau trong các thí nghiệm hở. Sau khi xác định được loại CH phù hợp sẽ khảo sát lại tổ hợp thuốc DO+CH và các chi phí khác. Kết quả thí nghiệm tuyến sơ bộ với các mẫu CH xem bảng 4

Bảng 4:

STT	Thuốc tuyến	Chi phí g/t	Thu hoạch Q.tinh %	Hàm lượng		KII	Ghi chú
				Q. tinh	Q. thải		
1	DO+CH50	400	40.21	28.41	9.61	5.16/2.58	Tỷ lệ DO/CH80 = 60/40
2	DO+CH60	400	40.75	29.43	9.32	6.25/2.50	
3	DO+CH70	400	45.74	27.55	8.92	8.47/2.25	
4	DO+CH80	400	50.32	28.26	8.03	8.67/2.04	

Kết quả thí nghiệm với các mẫu PO (CH) có chất lượng quặng tinh khá cao nhưng tính tập hợp còn yếu, hệ số tạo bọt lớn . Song do đây là bước nghiên cứu nên vẫn chọn mẫu số 4 (CH80) để khảo sát tiếp.

Giữ nguyên chi phí Na₂SiO₃ và Na₂CO₃, lần lượt thay đổi mức chi phí DO+CH80 lên 430, 460 g/t. Kết quả thí nghiệm xem bảng 5

Bảng 5: Thí nghiệm sơ bộ với chi phí DO+CH80 = 430 và 460g/t

STT	Chi phí DO+CH80 g/t	Thu hoạch Q.tính	Hàm lượng		KII	Ghi chú
			Q. tinh	Q. thải		
1	430	50.72	26.75	7.93	7.57/2.02	DO/CH80 = 60/40
2	430	52.68	26.42	7.15	9.75/2.44	

Nhận xét: Khi tăng chi phí DO+CH80 hàm lượng quặng thải và quặng tinh giảm, hệ số tạo bột tăng. Vì vậy cần phải tiến hành thêm một số thí nghiệm với các mức chi phí Na_2SiO_3 , Na_2CO_3 , DO+CH80 khác nhau. Kết quả thí nghiệm xem bảng 6.

Bảng 6:

STT	Thuốc tuyến g/t			Thu hoạch Q.tính	Hàm lượng		KII	Ghi chú
	Na_2SiO_3	Na_2CO_3	DO+CH80		Q.tinh	Q. thải		
1	800	200	460	52.31	26.16	7.85	11.22/2.68	Tỷ lệ DO/CH80 =60/40
2	800	300	460	51.84	25.49	7.54	9.66/2.89	
3	1200	200	460	48.27	27.34	8.13	7.57/2.52	
4	1500	-	460	44.23	27.99	8.62	5.55/2.22	
5	1000	400	460	49.05	27.04	7.93	7.77/2.59	
6	1200	200	490	47.32	27.28	7.93	6.66/2.22	
7	1000	200	490	49.01	27.18	7.93	7.97/2.66	
8	1000	200	460	54.84	25.83	7.05	8.45/2.82	

Nhận xét: Sau bước khảo sát chi tiết thí nghiệm sơ bộ của tổ hợp thuốc DO+CH80 thấy rằng: tính chọn lọc và tập hợp đã được cải thiện. Hệ số tạo bột còn cao. Cũng như quá trình thí nghiệm với mẫu thuốc DO1 + M5 tiếp tục thí nghiệm vòng hồ vòng kín với mẫu thuốc DO+CH80. Trước khi tiến hành làm thí nghiệm vòng kín đã khảo sát lại các mức tiêu hao thuốc tuyến, chất lượng sản phẩm ở thí nghiệm vòng hồ. Kết quả thí nghiệm vòng hồ lựa chọn được chi phí thuốc để làm thí nghiệm vòng kín: $\text{Na}_2\text{SiO}_3 = 1000\text{g/t}$, $\text{Na}_2\text{CO}_3 = 160\text{g/t}$, DO1+CH80 = 360g/t. Kết quả thí nghiệm vòng kín xem bảng 7

Bảng 7: Kết quả thí nghiệm vòng kín với thuốc tuyến DO1+CH80

Thuốc tuyến g/t			Quặng tinh			Quặng thải %P ₂ O ₅	KII	E
Na ₂ SiO ₃	Na ₂ CO ₃	DO+CH80	β %P ₂ O ₅	γ %	ε %			
1000	160	360	3260	42.66	77.30	7.12	8.45/2.82	140.08

Kết luận: Tổ hợp thuốc tuyến DO1+CH80 đã được cải thiện hơn tổ hợp thuốc DO1+M5 nhưng còn tồn tại hệ số tạo bọt lớn cần chuyển sang thử nghiệm ở quy mô bán công nghiệp để xem xét tiếp.

3-Mẫu thuốc tuyến VH 2K2

Sau khi thử nghiệm thành công thuốc tuyến DO1+CH80 ở quy mô bán công nghiệp Pilot nhưng khi chuyển sang thử công nghiệp, kết quả đạt được không cao. Chỉ có thể dùng hỗn hợp thuốc tuyến để tuyển một đối tượng quặng nhất định theo công nghệ cũ của Liên Xô. Tháng 9/2000, Viện Hoá học công nghiệp điều chế ra thuốc tuyến mới. Số lượng mẫu thuốc gồm 4 loại thuốc ký hiệu VH2K, VH2K1, VH2K2, VH2K3. Kết quả thí nghiệm sơ bộ với 4 mẫu thuốc VH2K xem bảng 8

Bảng 8: Kết quả thí nghiệm sơ bộ với 4 mẫu thuốc VH2K, VH2K1, VH2K2, VH2K3

STT	Thuốc tuyến	Chi phí g/t	Thu hoạch Q.tinh %	Hàm lượng		KII	Ghi chú
				Q.tinh %P ₂ O ₅	Q.thải %P ₂ O ₅		
1	VH2K	300	54.31	25.09	6.27	3.74/1.87	
2	VH2K1	300	53.67	25.28	5.97	4.24/2.36	
3	VH2K2	300	49.24	26.45	7.33	2.56/1.79	
4	VH2K3	300	42.22	26.28	7.07	3.95/2.30	

Mẫu số 3 thuốc tuyến VH2K2 có hệ số tạo bọt tốt hiệu quả tuyển ở giá trị chấp nhận được. Vì vậy chọn mẫu thuốc này để nghiên cứu tiếp.

Để chuyển sang thí nghiệm vòng kín đã tiến hành bước thí nghiệm vòng hở. Kết quả thí nghiệm vòng hở xác định lại mức tiêu hao các loại thuốc tuyển để làm vòng kín là: Na₂SiO₃ = 800g/t, Na₂CO₃ = 150g/t, VH2K2 = 230 g/t.

Sơ đồ thí nghiệm vòng kín, điểm cấp thuốc tuyển xem hình 3.

Kết quả thí nghiệm xem bảng 9

Bảng 9: Kết quả thí nghiệm vòng kín với mẫu thuốc tập hợp VH2K2

Thuốc tuyển g/t			Quặng tinh			Q. thải	KII	E
Na ₂ SiO ₃	Na ₂ CO ₃	VH2K2	β %	γ %	ε %	% P ₂ O ₅		
800	150	230	32.82	33.94	71.26	6.80	2.56/1.79	149.65

Kết luận: Các tổ hợp thuốc tuyển VH2K về cơ bản đã khắc phục được tồn tại của thuốc tuyển cũ (DPO93, DO+M5, DO+CH80). Hiệu quả tuyển nổi của tổ hợp thuốc VH2K gần đạt bằng thuốc tuyển MD20245. Tuy nhiên khả năng chọn lọc quặng tinh còn thấp, tiêu chuẩn bột chưa được như MD. Song kết quả khảo sát khi phối trộn VH2K2 và MD20245 lại cho kết quả cao hơn hẳn với việc chạy độc lập từng loại thuốc này. (Xem kết quả ở phần III).

Kết quả thí nghiệm với các mẫu thuốc phối trộn MD với thuốc tuyển Viện hoá Để có thời gian nghiên cứu hoàn thiện thuốc tuyển VH2K2 để thỏa mãn nhu cầu sử dụng một phần thuốc tuyển nội địa. Nhóm nghiên cứu đã tiến hành một loạt thí nghiệm trên mẫu thuốc tuyển DPO93 với thuốc tuyển MD20245 phối trộn với nhau theo các tỷ lệ DPO93/MD20245 = 30/70, 40/60, 50/50, 60/40. Kết quả thí nghiệm xác định được tỷ lệ phối trộn từ 30-50% thuốc DPO93. Kết quả thí nghiệm vòng kín DPO93/MD=50/50, xem bảng 12

Thuốc tuyển g/t			Quặng tinh			Q. thải	KII	E
Na ₂ SiO ₃	Na ₂ CO ₃	MD+DPO93	β %	γ %	ε %	% P ₂ O ₅		
1000	-	320	33.43	36.61	75.19	6.27	4.48/2.24	172.52

Chỉ tiêu chất lượng quặng tinh hiệu quả tuyển nổi khá cao, hệ số tạo bột giảm nhưng còn lớn hơn hệ số tạo bột của MD.

Sau khi có kết quả thí nghiệm trong phòng, bán công nghiệp Pilot, thuốc DPO93 đã được sử dụng phối trộn với MD theo tỷ lệ 20-30% dùng trong tuyển quặng tại nhà máy từ tháng 4/2000. Tháng 12/2000 chuyển sang phối trộn thuốc tuyển mới VH2K2 ở tỷ lệ cao hơn (30-50%).

Thuốc tuyển VH2K2 sau khi thí nghiệm có kết quả khá ở trong phòng thí nghiệm được sản xuất và thử nghiệm công nghiệp theo từng tỷ lệ phối trộn 35,40,45, và 50% thuốc tuyển VH2K2. Từ tháng 4/2001 đến tháng 6/2001 chuyển sang sử dụng 50% thuốc VH2K2 liên tục cho đến nay. Kết quả sản xuất với các tỷ lệ phối trộn thuốc VH2K2 là thành công (xem báo cáo chạy trộn) đặc biệt là hiệu quả tuyển nổi.

IV. KẾT LUẬN.

Từ kết quả nghiên cứu của đề tài đã áp dụng vào dây truyền công nghệ sản xuất, cải tiến công nghệ oxyhoá Parafin, giảm lưu lượng sức khí cải thiện triệt để được môi trường không khí tại khu vực sản xuất và các vùng xung quanh.

Rút ngắn được công nghệ lắng tách sản phẩm giảm bớt thời gian, nhân công và phân lớn thiết bị lắng tách.

Cải thiện chất lượng thuốc tuyển, áp dụng vào sản xuất một lượng lớn thuốc tuyển với loại Parafin M5 cho nhà máy tuyển quặng Apatit Lào Cai.

Cơ quan chủ đề tài :

Viện Hoá Học Công Nghiệp - Tổng Công Ty Hoá Chất Việt Nam

Cơ quan phối hợp:

Công Ty Apatit Việt Nam

Những người tham gia chính trong đề tài :

1. Mai Ngọc Chúc	TS	Viện Hoá Học Công Nghiệp
2. Hà Văn Vội	KS	Viện Hoá Học Công Nghiệp
3. Bùi Đăng Học	KS	Viện Hoá Học Công Nghiệp
4. Lê Thị Hoa	KS	Viện Hoá Học Công Nghiệp
5. Nguyễn Hoài Văn	KS	Viện Hoá Học Công Nghiệp
6. Lê Hồng Bích	KS	Viện Hoá Học Công Nghiệp
7. Nguyễn Công Thành	KS	Viện Hoá Học Công Nghiệp
8. Trương Thanh Long	KS	Viện Hoá Học Công Nghiệp
9. Đặng Đình Quý	KS	Viện Hoá Học Công Nghiệp
10. Khương Trung Thuý	KS	Viện Hoá Học Công Nghiệp
11. Văn Thị Lan	KS	Viện Hoá Học Công Nghiệp
12. Nguyễn Trọng Phú	KSTK	NM Tuyển CTy Apatit VN
13. Nguyễn Văn Tạo	KSTK	NM Tuyển CTy Apatit VN
14. Nguyễn Mạnh Thắng	KSTK	NM Tuyển CTy Apatit VN
15. Nguyễn Thị Xuân	P.PTích	NM Tuyển CTy Apatit VN

PHỤ LỤC 6

BỘ CÔNG NGHIỆP
TỔNG CÔNG TY HOÁ CHẤT VIỆT NAM
VIỆN HOÁ HỌC CÔNG NGHIỆP

----- * -----

BÁO CÁO NGHIỆM THU

DỰ ÁN XÂY DỰNG DÂY CHUYỀN SẢN XUẤT
THỬ NGHIỆM " THUỐC TUYỀN DP0 - 93 "
CÔNG SUẤT 120 TẤN/NĂM

Chủ nhiệm dự án	:	TS. Mai Ngọc Chúc
Phó chủ nhiệm dự án	:	KS. Hà Văn Vội
Chủ nhiệm công nghệ	:	KS. Lê Thị Hoa
Chủ nhiệm thiết kế	:	KS. Vũ Văn Đống
Những người tham gia	:	PGS. TS. Vũ Thế Trí KS. Bùi Đăng Học KS. Nguyễn Hoài Văn TS. Hoàng Văn Hoan TS. Phạm Thế Trình KS. Nguyễn Hoài Nam

HÀ NỘI. THÁNG 02 -2001

I. MỞ ĐẦU

Dự án này được thành lập trên cơ sở các kết quả nghiên cứu của đề tài KC.06-01 “*Nghiên cứu công nghệ tổng hợp thuốc tập hợp hữu cơ để tuyển nổi quặng Apatit loại III Lào cai*” thuộc chương trình KC 06 “*Hoá dầu và vật liệu hoá*” (1991 - 1995) đã được thử nghiệm trên dây chuyền công suất 20 tấn/năm và kết quả thử tuyển sản phẩm thành công trên dây chuyền tuyển công nghiệp tại nhà máy tuyển Apatit Lào cai. Ở Việt Nam trước đây do chưa tìm được parafin lỏng thích hợp nên Viện HHCN đã tiến hành nghiên cứu tách parafin lỏng từ dầu DO bằng phương pháp sunfonic hoá làm nguyên liệu để chế tạo DO-93 (Đề tài KC 06-01). Tuy nhiên, khi chuyển sang sản xuất ở qui mô lớn hơn nảy sinh vấn đề về xử lý chất thải mà trong đó cần Goudron axit (thải ra trong quá trình tách Parafin từ dầu DO) hiện tại chưa có giải pháp xử lý triệt để. Được sự hỗ trợ của Tổng công ty Hoá chất Việt nam, Viện HHCN đã xúc tiến tham khảo thị trường trong và ngoài nước tìm được một số nguồn cung cấp Parafin lỏng có thành phần gần giống với Parafin tách từ dầu DO và tiến hành thử nghiệm chế tạo DO-93 trên các mẫu đó trong phòng thí nghiệm (đề tài *Nghiên cứu sử dụng Parafin lỏng thay thế dầu Diesel trong sản xuất thuốc tuyển Apatit DPO-93*). Kết quả nghiên cứu của đề tài đã được Tổng công ty nghiệm thu và cho phép ứng dụng vào dự án này. Chính vì lý do đó, đến tháng 3 năm 1999 dự án mới được triển khai.

II. GIỚI THIỆU DỰ ÁN

1. Mục tiêu của dự án:

Xây dựng một dây chuyền sản xuất thử nghiệm thuốc tuyển DPO-93 quy mô bán công nghiệp công suất 120 tấn /năm (100% hoạt chất) nhằm:

- Hoàn thiện quy trình công nghệ sản xuất ở quy mô lớn, xác định đủ các thông số Kỹ thuật - công nghệ, cơ cấu thiết bị và làm rõ thêm một số chỉ tiêu kinh tế để trên cơ sở đó tiến tới lập dự án đầu tư xây dựng một dây chuyền sản xuất thuốc tuyển DPO-93 ở qui mô công nghiệp có công suất đáp ứng đủ nhu cầu thuốc tuyển của Nhà máy tuyển quặng Apatit loại III Lào cai.

- Sản xuất và cung cấp một lượng sản phẩm DPO-93 đủ để chạy thử tuyển liên tục, dài ngày trên dây chuyền tuyển công nghiệp nhằm hiệu chỉnh các thông số Kỹ thuật - công nghệ tuyển, xác lập các chỉ tiêu Kinh tế - kỹ thuật phù hợp cho tuyển quặng Apatit loại III Lào cai.

2. Giới thiệu sản phẩm

Thuốc tuyển DPO-93 của Viện HHCN bao gồm 2 thành phần chính là DO-93 và PO-93. DO-93 là chế phẩm của hỗn hợp các Axit và sản phẩm hữu cơ chứa oxy khác tách ra trong quá trình oxy hoá phân đoạn Parafin lỏng thích hợp được trung hoà và phối chế với các phụ gia. PO-93 là chế phẩm của quá trình xà phòng hoá dầu thực vật và được phối trộn thêm phụ gia để tăng cường tính chọn lọc.

3. Nội dung của dự án:

- Hoàn thiện công nghệ chế tạo thuốc tuyển ở quy mô bán công nghiệp tạo sản phẩm phù hợp với công nghệ tuyển quặng loại III của Nhà máy Tuyển - Công ty Apatit Việt nam.

- Thiết kế công nghệ; thiết kế và chế tạo thiết bị; xây dựng, sửa chữa cải tạo nhà xưởng và lắp đặt dây chuyền sản xuất thử nghiệm công suất 120 tấn hoạt chất tuyến/năm.
- Chạy thử không tải và có tải để hiệu chỉnh dây chuyền thiết bị và đào tạo công nhân vận hành.
- Sản xuất thử tạo sản phẩm cung cấp cho Công ty Apatit Việt nam.

4. Nguồn kinh phí để thực hiện dự án:

- Từ Ngân sách Nhà nước: 283,5 triệu đồng
- Vay của Tổng công ty Hoá chất VN: 400,0 triệu
- Vốn từ quỹ phát triển của Viện : 200 triệu

5. Căn cứ pháp lý để thực hiện dự án:

- Hợp đồng Nghiên cứu khoa học và phát triển công nghệ số 0497P/HĐ-CNCL ngày 25/8/1997 giữa Bộ Công nghiệp và Viện Hoá học công nghiệp.
- Quyết định số 378 QĐ/HĐQT ngày 26/11/1997 của Hội đồng quản trị Tổng công ty Hoá chất Việt nam phê duyệt Dự án khả thi đầu tư xây dựng dây chuyền sản xuất thử thuốc tuyến DPO-93 của Viện Hoá học công nghiệp.
- Quyết định số 59 QĐ/HĐQT ngày 20/3/1999 của Hội đồng quản trị Tổng công ty Hoá chất Việt nam phê duyệt điều chỉnh Dự án khả thi “Đầu tư xây dựng dây chuyền sản xuất thử nghiệm thuốc tuyến DPO-93 công suất 120 Tấn/năm” của Viện Hoá học công nghiệp.
- Công văn số 211/CV-ĐTXD ngày 16/6/1999 của Tổng công ty Hoá chất VN về việc thực hiện dự án xây dựng dây chuyền sản xuất thử nghiệm thuốc tuyến DPO-93.

III. NHỮNG THÀNH CÔNG CỦA DỰ ÁN

1. Về công nghệ

1.1 Thay thế dầu DO bằng Parafin

Trong dự án trước về tổng hợp DO, nguyên liệu sử dụng là dầu Diezen, phải qua giai đoạn tách hợp phần thơm bằng sunfonic hoá ... để thu parafin. Với công nghệ này, thiết bị rất phức tạp và sử dụng nhiều axit sunfuric đặc rất nguy hiểm cho quá trình thao tác. Trong dự án này chúng tôi đã nghiên cứu thành công sử dụng trực tiếp parafin trong quá trình Oxy hoá. Thành công này có ý nghĩa quan trọng quyết định thành công của dự án:

- Từ một công nghệ rất phức tạp, tính khả thi thấp thành một công nghệ có tính khả thi cao.

- Chủ động được nguồn nguyên liệu cho sản xuất
- Thao tác đơn giản, hạn chế sử dụng hoá chất độc hại.

1.2. Nghiên cứu thành công tách axit béo từ dầu thực vật và từ phế thải công nghiệp:

Chúng tôi đã huy động tiềm lực khoa học công nghệ trong Viện và đã nghiên cứu thành công công nghệ tách axit béo từ dầu thực vật. Thành công này có ý nghĩa kinh tế cao, đã giảm thời gian phản ứng từ 48 giờ xuống 16 giờ.

1.3. Nghiên cứu thành công công nghệ phối trộn tạo ra được thuốc tuyến quặng có tính chọn lọc và tập hợp cao phù hợp với loại quặng Apatit loại III Lào cai

2. Về thiết bị:

- Bằng tiềm lực của mình, Viện đã tự thiết kế chế tạo và lắp đặt thành công dây chuyền sản xuất công suất 120T/n.

- Với sự cải tiến của hệ thống gia nhiệt bằng điện của dây chuyền 20T/n của dự án trước bằng hệ thống gia nhiệt bằng hơi nước đã cho phép tự động hoá giai đoạn gia nhiệt tạo ra sự ổn định công nghệ và sản phẩm và hạn chế tối thiểu sự cháy nổ trong sản xuất.

3. Về môi trường:

- Với sự thay đổi công nghệ, dự án đã giải quyết được vấn đề chất thải rắn, lỏng mà công nghệ trước gặp phải. Với công nghệ cũ, cứ mỗi tấn sản phẩm tạo ra 3 tấn chất thải rắn, lỏng. Việc xử lý chất thải rất phức tạp và tốn kém. Với công nghệ mới cũng đã giải quyết được vấn đề chất thải khí. Đặc biệt là SO_2 trong giai đoạn tách aromat trước đây. Dự án đã thiết kế và lắp đặt hệ thống xử lý khí thải bằng nhiệt, đảm bảo an toàn cho môi trường.

4. Về sản phẩm :

Dự án đã tạo ra 2 sản phẩm công nghệ là VH_{2K2} và VH_{2000} . Các sản phẩm này thể hiện sự vượt trội so với DPO-93(sản phẩm của dự án trước) về các tính năng tập hợp, tính chất bột. VH_{2K2} và VH_{2000} tương đương với thuốc tập hợp tuyến ngoại MD_{20243} một loại sản phẩm đã được Thụy Điển cải tiến mới nhất.

5. Về quản lý:

Dự án không những thành công về mặt công nghệ mà còn thành công về phương pháp quản lý khoa học công nghệ. Dự án đã tập trung được sức mạnh, sự đoàn kết của các nhà khoa học trong và ngoài Viện.

6. Về ý nghĩa xã hội:

Dự án đã tạo ra một sản phẩm mà sản phẩm này trước đây phải hoàn toàn nhập ngoại. Với thành công này dự án tạo ra công ăn việc làm, giảm nguồn ngoại tệ và đặc biệt là sự chủ động trong sản xuất của Công Ty Apatit Lào Cai.

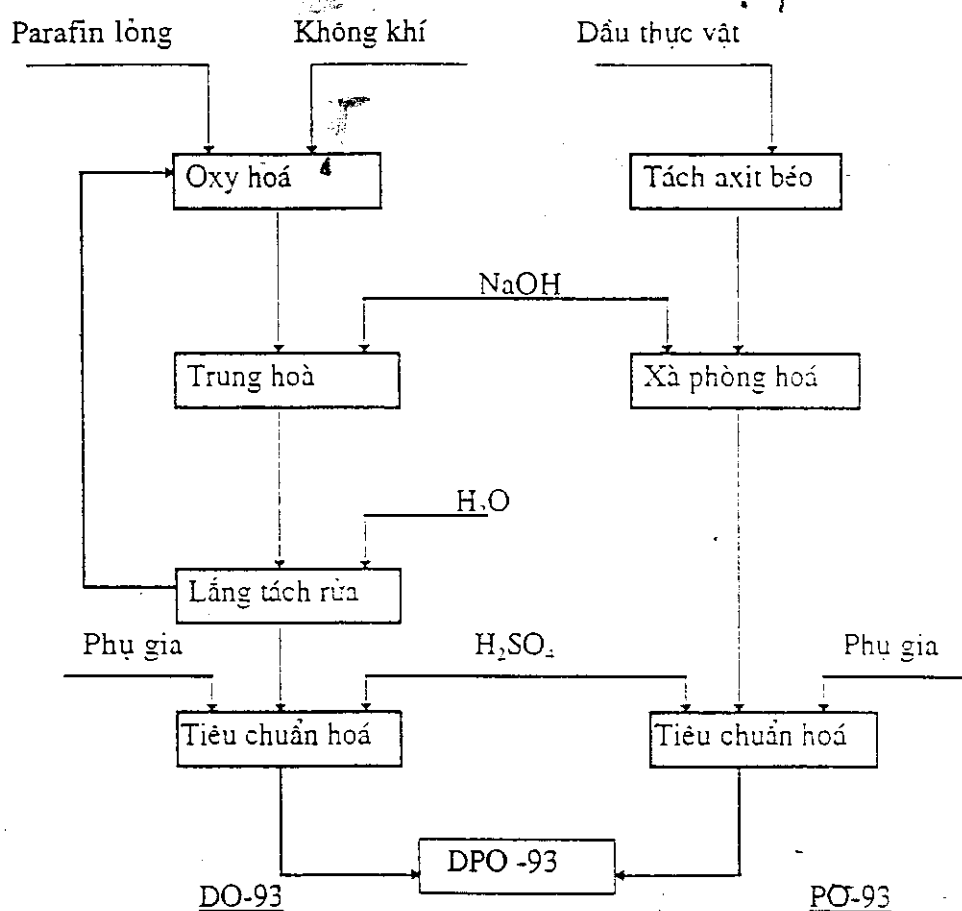
Dự án bước đầu khẳng định năng lực công nghệ và trí tuệ của cán bộ khoa học khi được Nhà nước đầu tư và tạo môi trường thuận lợi cho nghiên cứu khoa học.

IV. NHỮNG NỘI DUNG ĐÃ TRIỂN KHAI VÀ KẾT QUẢ ĐẠT ĐƯỢC

1. DÂY CHUYỀN CÔNG NGHỆ

Trên cơ sở các kết quả nghiên cứu công nghệ, Phòng Thiết kế và Phòng Chất hoạt động bề mặt của Viện đã tiến hành thiết kế dây chuyền công nghệ như sau:

Sơ đồ quy trình công nghệ



a. Phân xưởng DO-93

• Công đoạn oxyhoá Parafin lỏng

Phản ứng oxyhoá chuyển hoá parafin lỏng thành axit hữu cơ được thực hiện trên tháp oxy hoá (10) bằng thép inox bên trong tháp có bộ trao đổi nhiệt ống xoắn đảm bảo duy trì nhiệt độ cho phản ứng oxyhoá bằng hơi quá nhiệt tạo bởi hệ thống nồi hơi (24) có bộ phận quá nhiệt. Tháp oxy hoá làm việc gián đoạn (loại tháp sủi bọt) có bộ phận phân phối khí để đảm bảo tiếp xúc tốt giữa không khí và parafin lỏng, tạo điều kiện tăng tốc độ cho phản ứng oxy hoá. Không khí được cấp vào tháp qua hệ thống nén khí có điều chỉnh

lưu lượng. Để duy trì nhiệt độ cho khối phản ứng, tháp được trang bị hệ thống điều khiển tự động các van hơi quá nhiệt và van nước làm lạnh theo nhiệt độ của khối phản ứng.

- Công đoạn Trung hoà hỗn hợp axit hữu cơ và phối chế sản phẩm

Khối phản ứng sau khi oxy hoá được trung hoà bằng NaOH trong thiết bị trung hoà (30) bằng thép tráng men 2 vỏ có khuấy. Hỗn hợp sau trung hoà được tách rửa ở hệ thống thiết bị lắng tách (31), phần parafin chưa oxy hoá được rửa sạch bằng nước để đưa trở lại tháp oxy hoá. Phần axit hữu cơ đã xà phòng hoá sau khi phối chế thêm một số phụ gia và điều chỉnh thành phần theo chỉ tiêu thương phẩm tại thiết bị pha chế sản phẩm (37) được đóng thùng thành sản phẩm.

- Công đoạn Xử lý chất thải

Chất thải ra trong quá trình sản xuất DO-93 gồm khí thải của công đoạn oxy hoá và nước thải của công đoạn lắng tách rửa sản phẩm.

Khí bay ra trong phản ứng oxy hoá gồm chủ yếu là hơi nước, một phần nhỏ axit hữu cơ mạch ngắn, este nhẹ, andehyt... được ngưng tụ lại tại thiết bị ngưng tụ (8), tách loại nước và phần dầu nhẹ ở thùng phân ly (6), còn khí qua buồng đốt (26) được chuyển hoá thành hơi nước và CO₂ thải ra ngoài trời qua ống khói cao 12 m.

Nước thải của công đoạn tách rửa sản phẩm được xử lý tại bể xử lý nước thải (48) dung tích 6,6 m³ có 2 ngăn xây bằng gạch đỏ đến tiêu chuẩn cho phép và thải ra đường thải chung của Viện.

b. Phân xưởng PO-93

Dầu thực vật được xà phòng hoá (thủy phân) bởi NaOH trong 4 thiết bị xà phòng hoá (47) có hệ thống khuấy trộn làm việc gián đoạn. Thiết bị xà phòng hoá có 2 vỏ bằng thép tráng men dung tích 3600 lit.

Hỗn hợp sau phản ứng thủy phân được tách rửa, phối chế thêm một số phụ gia để tăng cường tính chọn lọc và đóng thùng bảo quản.

(chi tiết cụ thể xin xem bản vẽ dây chuyền công nghệ)

2. THIẾT BỊ

a. Giải pháp về thiết bị:

Trong công nghệ chế tạo thuốc tuyến dạng DPO-93, khâu quyết định đến chất lượng sản phẩm và hiệu suất của toàn bộ dây chuyền sản xuất DO-93 là công đoạn oxy hoá parafin. Phản ứng oxy hoá parafin xảy ra ở nhiệt độ 140 - 150°C và là phản ứng tỏa nhiệt. Trên thế giới, thiết bị oxy hoá parafin được thiết kế hoạt động theo phương pháp liên tục có ưu điểm là năng suất thiết bị cao, ít tổn năng lượng. Tuy nhiên thiết bị liên tục đòi hỏi phải có các thông số công nghệ rất ổn định vì các chế độ công nghệ có mối quan hệ rất gần bó với nhau và khó khống chế. Mặt khác việc thiết kế chế tạo thiết bị liên tục rất phức tạp, đòi hỏi trình độ công nghệ cao. Với mục tiêu nghiên cứu để tìm ra bộ chế độ công nghệ phù hợp thì việc sử dụng thiết bị hoạt động gián đoạn với ưu điểm dễ thay đổi thông số công nghệ sẽ thích hợp hơn, chính vì vậy chúng tôi quyết định chọn phương án này.

Tại Pilot 20 tấn/năm trước đây, thiết bị oxy hoá được thiết kế thổi khí thẳng không qua bộ phận phân phối và điều tiết khí, gia nhiệt bằng điện bên ngoài vỏ tháp và không có bộ phận giải nhiệt. Giải pháp này có ưu điểm là kết cấu thiết bị đơn giản nhưng có nhược điểm là rất khó khống chế chế độ thổi khí và nhiệt độ khối phản ứng, kém an toàn và chi phí năng lượng rất cao. Để khắc phục nhược điểm này, chúng tôi chọn giải pháp gia nhiệt bằng hơi quá nhiệt, giải nhiệt bằng nước và tháp có thêm bộ phận phân phối và điều tiết

khí. Với giải pháp này, tháp oxy hoá chế tạo ra đã đáp ứng được yêu cầu của công nghệ: tăng hiệu suất của phản ứng oxy hoá, dễ điều chỉnh và khống chế các chế độ công nghệ kể cả nhiệt độ khối phản ứng, dễ vận hành và sử dụng an toàn. Mặt khác việc sử dụng nồi hơi quá nhiệt đã giảm được chi phí về năng lượng cho toàn bộ dây chuyền vì các công đoạn khác như trung hoà lắng tách DO và sản xuất PO cũng cần phải gia nhiệt.

Các công đoạn khác như trung hoà lắng tách, phối chế sản phẩm DO, chế tạo PO và xử lý chất thải ở Pilot 20 tấn/năm trước đây không đề cập đến hoặc thực hiện hoàn toàn thủ công. Tại dự án này, chúng tôi đã thiết kế chế tạo thiết bị và phối thao với công đoạn oxy hoá hoàn chỉnh thành một dây chuyền mang tính công nghiệp.

b. Tổ chức thi công:

Với mục tiêu hoàn thành Dự án một cách tốt nhất trong thời gian ngắn nhất, Ban lãnh đạo Viện đã đề ra giải pháp tổ chức để có thể tập trung và phát huy được năng lực của các bộ phận trong Viện:

- Chỉ đạo chung và giám sát thi công: Ban Dự án
- Thiết kế chế tạo thiết bị và lập dự toán: Phòng Thiết kế - Viện HHCN.
- Gia công chế tạo thiết bị:
 - + Thiết bị chịu áp lực: Công ty Nồi hơi Việt nam
 - + Thiết bị khác: Xưởng Cơ khí - Viện HHCN.
- Lắp đặt thiết bị, phối thao, giàn giá và sàn thao tác: Xưởng Cơ khí - V.HHCN
- Hệ thống nồi hơi và đường ống hơi: Công ty Nồi hơi Việt nam chế tạo và lắp đặt.
- Các thiết bị phụ trợ: mua tại các cửa hàng đại lý.
- Thi công xây dựng: Xí nghiệp H35 - Công ty Xây lắp hoá chất

Với phương pháp tổ chức trên, toàn bộ công việc đã được hoàn thành trong thời gian 3 tháng.

Sau khi tiến hành thử không tải và có tải toàn bộ dây chuyền để hiệu chỉnh thiết bị và đào tạo công nhân. Kết quả thu được cho thấy dây chuyền thiết bị hoạt động đảm bảo công suất thiết kế, dễ vận hành và điều chỉnh các thông số công nghệ, trong thời gian ngắn toàn bộ công nhân đã nắm được quy trình sản xuất và thao tác vận hành, có thể chuyển sang giai đoạn sản xuất.

Từ cuối năm 1999 đến cuối năm 2000, xưởng được đưa vào sản xuất liên tục 3 ca/ngày với mục đích thử nghiệm tính ổn định của dây chuyền thiết bị và công nghệ, đồng thời sản xuất thuốc tuyển cung cấp cho Công ty Apatit Việt nam để sử dụng trên dây chuyền tuyển công nghiệp. Đến tháng 12/2000 Viện đã cung cấp cho Công ty Apatit 70 tấn thuốc tuyển để sử dụng tuyển công nghiệp. Trong quá trình sản xuất, dây chuyền thiết bị của Viện đã khẳng định được tính ổn định đáp ứng được mục tiêu đề ra.

3. SẢN PHẨM

Khi thành lập dự án, Nhà máy Tuyển Apatit Lào cai đang sử dụng thuốc tuyển Kempleat của Phần lan với công nghệ tuyển không khử slat và có tách tầng sót. Căn cứ vào kết quả thử 14 tấn DPO-93 tạo ra trên Pilot 20 tấn/năm, chúng tôi đề ra mục tiêu của dự án là tạo ra sản phẩm thuốc tuyển DPO-93 với các chỉ tiêu:

- Chỉ tiêu chất lượng của sản phẩm
 - Dạng lòng màu nâu sẫm
 - Hàm lượng axit béo 41-48%
 - Chỉ số axit phần hữu cơ 110 - 120

- Chỉ tiêu chất lượng tuyển phần đầu tương đương Kempleat của Phần lan

- Hàm lượng quặng III (% P_2O_5)	17 - 18
- Hàm lượng quặng tinh (% P_2O_5)	> 32
- Hàm lượng quặng thải (% P_2O_5)	7 - 8
- Tỷ lệ thu hoạch (%)	25 - 26
- Thực thu P_2O_5 (%)	> 50

Năm 1999, khi bắt đầu thực hiện dự án, Nhà máy Tuyển Apatit Lào cai chuyển sang sử dụng thuốc tuyển MD₂₀₂₀₃ của Thụy điển với công nghệ tuyển không khử slime và không tách tầng sót. Vì lẽ đó, chúng tôi quyết định điều chỉnh mục tiêu của dự án như sau:

- Chỉ tiêu chất lượng của sản phẩm

DO-93

- Dạng lỏng màu nâu sẫm
- Hàm lượng axit béo 42-50%
- Chỉ số axit phần hữu cơ 100 - 125

PO-93

- Dạng hơi đặc màu vàng
- Chỉ số Iod: >90
- Chỉ số axit: >180

- Chỉ tiêu chất lượng tuyển phần đầu tương đương thuốc MD₂₀₂₀₃ của Thụy điển

- Hàm lượng quặng III (% P_2O_5) 16 - 18
- Hàm lượng quặng tinh (% P_2O_5) > 32
- Hàm lượng quặng thải (% P_2O_5) ~ 6 - 7
- Tỷ lệ thu hoạch (%) ~ 27
- Thực thu P_2O_5 (%) ~ 56 - 57

Tuy nhiên đầu năm 2000, Nhà máy Tuyển lại chuyển sang sử dụng thuốc tuyển MD₂₀₂₄₅ là loại thuốc cải tiến mới nhất của Thụy điển. 50 tấn sản phẩm DPO-93 được chế tạo ban đầu trên dây chuyền thiết bị của dự án có những chỉ tiêu sản phẩm đạt như dự kiến nhưng chỉ tiêu chất lượng tuyển thấp hơn so với thuốc MD₂₀₂₄₅, cụ thể khi tuyển thử tại Nhà máy Tuyển và so sánh với thuốc MD₂₀₂₄₅ được đánh giá như sau:

- Hàm lượng quặng tinh thu được tương đương nhau.
- Hàm lượng quặng đuôi khi dùng thuốc DPO-93 cao hơn.
- Thuốc DPO-93 tác dụng nhanh, bọt nhiều và dai hơn.

Để khắc phục những nhược điểm trên và nâng cao chất lượng thuốc DPO-93, chúng tôi đã tập trung nghiên cứu thay đổi một số chế độ công nghệ, điều chỉnh một số giải pháp nhằm cải tiến chất lượng sản phẩm với mục tiêu chất lượng là tương đương với thuốc tuyển MD₂₀₂₄₅ của Thụy điển. Trong quá trình nghiên cứu, các cán bộ công nghệ đã dần làm chủ được các giải pháp công nghệ nhằm tạo ra thuốc tuyển có chất lượng theo yêu cầu của tuyển quặng Apatit loại III Lào cai là vấn đề rất khó ngay cả với các Công ty nước ngoài có bề dày kinh nghiệm. 2 sản phẩm cải tiến từ DPO-93 được chế tạo vào cuối năm 2000 là VH_{2K2} và VH₂₀₀₀ được đánh giá tương đương với thuốc MD₂₀₂₄₅ của Thụy điển. Sản phẩm VH_{2K2} đã được Công ty Apatit Việt nam chấp nhận sử dụng pha trộn với MD₂₀₂₄₅ để tuyển công nghiệp. Sản phẩm VH₂₀₀₀ đang được thử nghiệm cho thấy có nhiều triển vọng thay thế MD₂₀₂₄₅ (số liệu cụ thể xin xem các phụ lục về kết quả thử tuyển kèm theo)

V. KINH TẾ

1. ĐẦU TƯ

- a. Tổng kinh phí đầu tư: 900.150.474 đồng
Trong đó: - Thiết bị: 698.576.839 đ
- Xây lắp: 100.184.474 đ
- Chi khác: 101.389.161 đ
- b. Nguồn vốn:
- Từ ngân sách nhà nước (dự án P): 283.500.000 đồng
 - Vay Tổng công ty HCVN: 400.000.000 đ
 - Từ quỹ phát triển kinh doanh của Viện: 173.187.814 đ
 - Sử dụng thiết bị vật tư sẵn có của Viện: 43.462.660 đ

2. SẢN XUẤT

Giá xuất xưởng: 45.000.000 đ/tấn
Giá bán cho Công ty Apatit: 47.000.000 đ/tấn
Số lượng đã bán cho Công ty Apatit: 70 tấn

VI. NHỮNG NGHIÊN CỨU HỖ TRỢ DỰ ÁN

1. Các đề tài cấp Tổng công ty:

- Nghiên cứu cải tiến tính tan của thuốc tuyến PO-93 (1999)
- Thử vòng kín thuốc tập hợp DPO-93 trong phòng thí nghiệm (1999)
- Nghiên cứu hoàn thiện quy trình công nghệ chế tạo thuốc tuyến và tiến hành tuyến thử trong phòng thí nghiệm và trên dây chuyền sản xuất công nghiệp tại Nhà máy Tuyến quặng Apatit (2000)
- Nghiên cứu nâng cao chất lượng thuốc tuyến quặng Apatit loại III Lào cai (2000)
- Nghiên cứu hoàn thiện quy trình xử lý khí thải trong sản xuất thuốc tuyến (2000)

2. Các đề tài cấp Bộ

- Nghiên cứu công nghệ tách axit béo từ nguồn nguyên liệu thực vật và phế thải công nghiệp làm nguyên liệu sản xuất thuốc tuyến quặng Apatit (2000)
- Nghiên cứu nâng cao chất lượng thuốc tuyến quặng Aptit loại III Lào Cai (2001)

VII. KẾT LUẬN VÀ KIẾN NGHỊ

Dây chuyền thiết bị của dự án trên chỉ nhằm mục tiêu nghiên cứu sản xuất thử nghiệm để hoàn thiện các thông số công nghệ sản xuất thuốc tuyền cho phù hợp với công nghệ tuyền quặng apatit loại III Lào cai. Với mục tiêu này dự án đã có những thành công ban đầu về công nghệ sản xuất và chất lượng sản phẩm. Tuy nhiên, để chuyển sang sản xuất, dây chuyền thiết bị này còn một số nhược điểm như thiết bị hoạt động gián đoạn theo mẻ nên hiệu suất thấp, tiêu hao năng lượng và nhân công lớn, chất lượng sản phẩm chưa đều giữa các mẻ và hiệu quả kinh tế chưa cao. Hiện nay thuốc tuyền quặng Apatit loại III vẫn phải nhập ngoại, các Công ty sản xuất thuốc tuyền trên thế giới liên tục cải tiến chất lượng để cạnh tranh. Để thuốc tuyền nội có thể đứng vững trên thị trường và tiến tới mục tiêu thay thế hoàn toàn thuốc tuyền ngoại cần phải có những bước nghiên cứu cải tiến công nghệ tiếp theo nhằm liên tục nâng cao chất lượng và hạ giá thành sản phẩm để sản phẩm có tính cạnh tranh cao. Qua việc triển khai thực hiện dự án, Viện Hoá học công nghiệp đã chứng tỏ khả năng của mình không những về mặt nghiên cứu công nghệ mà ngay cả trong công tác triển khai các kết quả nghiên cứu vào sản xuất trong lĩnh vực hoá chất. Năng lực nghiên cứu giải quyết các vấn đề công nghệ, thiết kế chế tạo, lắp đặt và vận hành thiết bị của đội ngũ cán bộ công nhân viên của Viện có thể đáp ứng được các yêu cầu được giao. Chính vì vậy Viện kiến nghị với các Bộ, các Ngành cấp trên:

1. Cho phép Viện chuyển sang dự án đầu tư xây dựng một dây chuyền sản xuất thuốc tuyền ở qui mô công nghiệp theo phương pháp liên tục công suất 1000 - 1200 tấn/năm có tiếp thu một phần công nghệ và thiết bị tiên tiến của LB Nga.

2. Do sản phẩm tạo ra trên dây chuyền thử nghiệm này có hiệu quả kinh tế chưa cao, dây chuyền còn thiếu thiết bị chế tạo phụ gia cho thuốc tuyền và thiết bị nâng cao hàm lượng axit béo, trong khi nguồn kinh phí hỗ trợ cho dự án từ Ngân sách Nhà nước và vay của Tổng công ty HCVN đã được chi phí vào việc xây dựng dây chuyền thiết bị. Viện đề nghị được sử dụng các khoản kinh phí phải hoàn trả để tiếp tục đầu tư cải tiến dây chuyền thiết bị này với mục tiêu tiếp tục nâng cao chất lượng và sản xuất một lượng sản phẩm thay thế một phần thuốc tuyền ngoại. Khi dự án mới được thực thi và đưa vào sử dụng thì dây chuyền thử nghiệm bán công nghiệp này sẽ được chuyển thành dây chuyền thiết bị Pilot để sản xuất thử nghiệm các loại sản phẩm hoá học ngành tổng hợp hữu cơ, hoá dầu.

Dự án này đã thu được những thành công bước đầu vượt so với dự kiến là nhờ có sự ủng hộ về tinh thần và sự giúp đỡ về mặt vật chất rất tận tình của Bộ Công nghiệp, Bộ KH-CN & MT, Tổng công ty Hoá chất Việt nam và những cố gắng vượt bậc của đội ngũ cán bộ tham gia nghiên cứu và triển khai dự án. Chúng tôi xin chân thành cảm ơn và rất mong sẽ nhận được sự quan tâm giúp đỡ như vậy trong những dự án sau.

Ngày 4 tháng 2 năm 2001

CHỦ NHIỆM DỰ ÁN
VIỆN TRƯỞNG

PHẦN PHỤ LỤC

- Hệ thống dây chuyền thiết bị
- Các kết quả nghiên cứu thử nghiệm trong phòng thí nghiệm, trên dây chuyền pilot và trong sản xuất công nghiệp.

KẾT QUẢ THÍ NGHIỆM TUYẾN SƠ BỘ VÒNG HỎ

TT	Sản phẩm	Thu hoạch (%)	Hàm lượng P_2O_5 (%)	Thể tích bột (ml)	Chế độ pha thuốc
1	Quặng tinh Quặng thải Cộng	49,24 50,76 100	26,75 7,03 16,74	500	Na_2SiO_3 = 800 g/T Na_2CO_3 = 200 g/T VH_{2K2} = 300 g/T
2	Quặng tinh Quặng thải Cộng	40,35 59,65 100	27,25 8,24 15,91	450	Na_2SiO_3 = 800 g/T Na_2CO_3 = 200 g/T MD_{20245} = 400 g/T
3	Quặng tinh Quặng thải Cộng	52,43 47,57 100	25,12 6,36 15,91	1500	Na_2SiO_3 = 800 g/T Na_2CO_3 = 200 g/T DPO-93 = 400 g/T

KẾT QUẢ THỬ NGHIỆM VÒNG KÍN TRONG PHÒNG THÍ NGHIỆM

THÔNG SỐ THỬ NGHIỆM		VH ₂₀₀₀	VH ₂₀₀₀	MD ₂₀₂₄₅	VH ₂₀₀₀ + MD ₂₀₂₄₅ tỷ lệ 50/50
Chi phí thuốc tuyển	Na ₂ SiO ₃ (g/tấn)	800	600	600	600
	Na ₂ CO ₃ (g/tấn)	150	200	200	200
	Thuốc tập hợp	230	350	350	350
Kết quả thử nghiệm	Hàm lượng P ₂ O ₅ quang dầu (%)	15,63	16,23	16,29	16,26
	Hàm lượng P ₂ O ₅ quang tinh (%)	32,82	33,24	34,48	33,25
	Hàm lượng P ₂ O ₅ quang thải (%)	6,8	6,25	6,32	5,98
	Thu hoạch quang tinh (%)	33,94	36,99	34,48	37,69
	Thực thu P ₂ O ₅ quang tinh (%)	74,26	75,76	73,76	77,07

TÓM TẮT KẾT QUẢ SỬ DỤNG THUỐC TUYỀN
VH₂K₂ PHỐI TRỘN VỚI MD₂₀₂₄₅ TRÊN DÂY CHUYỂN CÔNG NGHIỆP
THEO CÁC TỶ LỆ TỪ 20 - 50%

Tỷ lệ trộn VH ₂ K ₂ /MD ₂₀₂₄₅	Số ca chạy	Hàm lượng quặng đầu (% P ₂ O ₅)	Hàm lượng quặng tinh (% P ₂ O ₅)	Hàm lượng quặng thải (% P ₂ O ₅)	Chi phí thuốc tuyền (g/tấn)
20/80	11	15,56	33,66	5,61	419
30/70	7	14,58	32,76	4,38	379
40/60	6	14,97	32,66	5,15	334
0/100	11	14,87	33,72	6,35	464
50/50	50	14,84	33,47	5,88	335
30/70	4	15,46	33,18	6,52	360

KẾT QUẢ TUYỂN THÁNG 01 - 2001

Ngày	Hàm lượng quặng III (% P ₂ O ₅)	Hàm lượng quặng thái (% P ₂ O ₅)	Hàm lượng quặng tinh (% P ₂ O ₅)
	$VH_{2K2}/MD_{20245} =$ 20-30/80-70		
1	14,65	6,78	32,47
2	14,65	6,48	33,07
3	14,03	4,33	32,26
4	13,22	4,19	33,14
5	13,89	4,54	33,99
6	14,10	4,55	33,57
7	14,76	4,38	33,32
8	14,56	4,65	32,90
9	15,05	4,81	33,38
10	14,57	4,57	32,68
11	14,06	4,74	33,89
12	13,47	4,88	33,16
13	13,87	5,04	33,63
14	14,14	4,95	32,91
15	15,05	5,24	33,32
16	14,92	5,31	33,44
17	14,14	4,78	33,72
18	14,27	4,72	33,23
19	14,65	4,82	33,92
20	14,18	4,93	34,08
	$MD_{20245} = 100\%$		
21	14,81	4,79	32,83
22	14,64	4,94	33,22
23	14,55	5,49	33,55
24	14,14	6,29	33,44
25	13,87	7,25	33,38
26	14,37	7,93	33,90
27	14,58	6,62	33,02
28	14,67	6,48	32,94
	$VH_{2K2}/MD_{20245} =$ 20-30/80-70		
29	14,21	5,61	32,55
30	14,24	4,64	32,90
31	14,41	4,44	32,63
TB	14,36	5,26	33,24

BÁO CÁO KẾT QUẢ THỬ NGHIỆM
THUỐC TUYẾN VH-2000
TRÊN DÂY CHUYỀN PILOT
TẠI NHÀ MÁY TUYẾN QUẶNG
APATIT LÀO CAI

A- CÁC THÔNG SỐ CÔNG NGHỆ CHẠY THỬ

I-MỘT SỐ CHỈ TIÊU CÔNG NGHỆ THỰC HIỆN.

- Năng suất tính theo quặng 3 (18% H_2O):	1000kg/giờ
- Nồng độ bùn tràn phân cấp lấy theo thiết kế:	25÷26%
- Phân cấp hạt —0.074mm :	85÷90%
- Nồng độ đưa vào tuyển:	35÷40%
- Chế độ cấp thuốc tuyển xuất phát:	
- VH-2000:	400g/tấn quặng 3
- Tiếp xúc	60"
- Tuyển chính	30"
- Tuyển vết	10"
- Na_2SiO_3 :	600g/tấn quặng 3
- Na_2CO_3 :	200g/tấn quặng 3

II-CHẾ ĐỘ PHA THUỐC TUYẾN

- VH-2000:	dung dịch 0,5%
- Na_2SiO_3 :	dung dịch 2 %
- Na_2CO_3 :	dung dịch 1 %

KẾT QUẢ CHẠY THỬ NGHIỆM PILOT VỚI THUỐC VH₂₀₀₀

Ngày	Q vào (kg)	Q.tinh (%P ₂ O ₅)	Q.đuôi (%P ₂ O ₅)	Chi phí
06/1	1098	33.32	10.15	VH-2000 400g/t Na ₂ SiO ₃ : 600g/t Na ₂ CO ₃ : 200g/t
07/1	1000	31.17	7.47	VH-2000 400g/t Na ₂ SiO ₃ : 600g/t Na ₂ CO ₃ : 200g/t
08/1	1000	31.70	6.87	VH-2000 400g/t Na ₂ SiO ₃ : 600g/t Na ₂ CO ₃ : 200g/t
09/1	1220	33.62	7.52	VH-2000 360g/t Na ₂ SiO ₃ : 600g/t Na ₂ CO ₃ : 150g/t
10/1	1060	32.21	7.86	VH-2000 400g/t Na ₂ SiO ₃ : 650g/t Na ₂ CO ₃ : 150g/t
11/1	1000	33.13	7.14	VH-2000 450g/t Na ₂ SiO ₃ : 650g/t Na ₂ CO ₃ : 150g/t
12/1	1000	31.96	6.46	VH-2000 430g/t Na ₂ SiO ₃ : 650g/t Na ₂ CO ₃ : 150g/t
13/1	1200	32.62	6.53	VH-2000 430g/t Na ₂ SiO ₃ : 650g/t Na ₂ CO ₃ : 150g/t
14/1	1100	32.74	6.73	VH-2000 430g/t Na ₂ SiO ₃ : 650g/t Na ₂ CO ₃ : 150g/t
15/1	1200	32.40	6.31	VH-2000 430g/t Na ₂ SiO ₃ : 650g/t Na ₂ CO ₃ : 150g/t
Chạy đối chứng MD				
16/1	1100	30.06	5.69	MD 450g/t Na ₂ SiO ₃ : 600g/t Na ₂ CO ₃ : 150g/t
17/1	1000	30.76	6.92	MD 370g/t Na ₂ SiO ₃ : 600g/t Na ₂ CO ₃ : 150g/t
				MD 350g/t

**NHỮNG THÔNG SỐ CÔNG NGHỆ TUYỂN NĂM 2000 ĐẠT ĐƯỢC
CÓ SỰ THAM GIA CỦA THUỐC TUYỂN NỘI**

	Tháng 1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	Cả năm
Thu hoạch $\gamma(\%)$	30,36	30,22	29,72	31,03	27,57	29,05	31,12	29,76	31,96	32,13	32,38	24,14	29,92
Thực thu $r(\%)$	64,78	58,56	60,55	62	54,55	64,59	62,94	59,87	68,4	67,5	66,35	53,15	61,80
Thuốc MD(kg)	24790	22570	24050	16650	21830	23310	25160	21090	25900	27010	27010	17677,5	278147
Thuốc nội (kg)	0	0	0	4050	1788	750	2260	5915	2235	3205	3774	10295	33493
²⁵² Hàm lượng tinh quặng (% P_2O_5)	33,77	33,32	33,39	33,29	33,58	33,6	33,65	33,15	33,51	33,5	32,95	33,40	33,0
Hàm lượng quặng thải (% P_2O_5)	5,68	6,18	5,98	5,66	5,74	6,28	5,88	6,22	4,66	6,10	6,09	5,69	5,84
Hàm lượng quặng dầu (% P_2O_5)	16,34	17,29	17,01	16,15	16,16	15,54	16,86	16,96	16,48	15,9	16,08	15,17	16,02
Hàm ẩm (% H_2O)	22,09	22,78		23,15	23,6	22,95	22,39		22,11	22,4	21-22	21-22	
ρ_T	36,50	37,66	36,87	35,09	36,73	34,41				36,3			
ρ_N	16,17	17,37	16,47	15,46	18,42	15,81				16,06			
Số ngày chạy thuốc nội	0	0	0	16	9	3	11	7	10	12	20	27	114
Sản lượng tinh quặng (tấn)	2013,2	20308,6	21342,7	20023,6	20845,9	20468	21533	19824,8	21432,5	22786	23496	17276	244812
Tiêu hao $Q/Q_{\text{mối}}$	3,29	3,3	3,364	3,23	3,626	3,41	3,21	3,36	3,23	3,11	3,09	4,14	3,25

PHỤ LỤC 7

CÔNG TY APATIT VIỆT NAM
NHÀ MÁY TUYỀN

BÁO CÁO KẾT QUẢ
SẢN XUẤT THUỐC CÔNG NGHIỆP VỚI THUỐC TUYỀN VH - 2000
DO VIỆN HHCN SẢN XUẤT

Lão cai, ngày 22 tháng 10 năm 2001

GIÁM ĐỐC NHÀ MÁY



Nguyễn Quang Đức

I- PHẦN MỞ ĐẦU

Sau nhiều năm nghiên cứu, thử nghiệm và hiệu chỉnh từ quy mô phòng Thí nghiệm, bán công nghiệp và công nghiệp với nhiều thể hệ thuốc tập hợp tuyển nổi quặng Apatit loại 3 Lào cai. Tháng 2 năm 2001 viện HHCN tiếp tục đưa vào thử nghiệm ở quy mô bán công nghiệp (xưởng Pi lốt) một thể hệ thuốc tuyển mới (VH - 2000), quá trình thử nghiệm cho kết quả tốt. Căn cứ vào kết quả thử nghiệm ở quy mô xưởng Pi lốt, Nhà máy Tuyển lập phương án được Giám đốc công ty Apatit Việt nam duyệt ngày 11/9/2001 với mục tiêu là:

- Khẳng định kết quả tuyển thử ở quy mô xưởng Pi lốt tháng 2/2001

- Xác định hiệu quả tuyển nổi, mức chi phí thuốc tuyển và các chỉ tiêu kinh tế kỹ thuật khác (tính chất bột, khả năng lắng quặng tinh, mức độ ổn định...) từ đó so sánh hiệu quả sử dụng với thuốc tuyển MD-20245 và hỗn hợp thuốc tuyển 50% VH2K2 với 50% MD-20245.

- Khẳng định khả năng nghiên cứu sản xuất thuốc tập hợp cho tuyển quặng Apatit loại 3 Lào cai của viện HHCN.

II- DIỄN BIẾN QUÁ TRÌNH SẢN XUẤT THỬ

1/ VỀ NGUYÊN LIỆU:

Trong 30 ngày sản xuất thử hàm lượng P_2O_5 (%) của quặng 3 vào tuyển cơ bản là ổn định (xem bảng phụ lục 1) và ở mức khá cao: TB: 16,43%.

- Hàm lượng cấp hạt mịn nguyên sinh không ổn định, những ngày cuối đợt sản xuất thử có chiều hướng giảm, nhưng nhìn chung là khá cao (xem biểu hiện của tỷ lệ cấp hạt - 0,04mm trong quặng tinh ở phụ lục 1).

- Tỷ lệ tăng sót ở bãi lưu đưa vào tuyển chiếm tỷ lệ: 6,42% tỷ lệ tăng sót tách ra khỏi quá trình chiếm tỷ lệ: 2,26%.

- Kết quả phân tích mẫu toàn phần của quặng 3 đưa vào tuyển (xem bảng 1) cho thấy tỷ lệ % các ô xít Al_2O_3 và Fe_2O_3 so với các lô quặng trước đó ở một vài mẫu khá cao (ngày 12 và 17/9) hàm lượng các loại ô xít khác tương đương. Tuy vậy các chỉ tiêu của các mẫu toàn phần ở các ngày khá ổn định.

BẢNG 1: KẾT QUẢ PHÂN TÍCH MẪU TOÀN PHẦN

NGÀY LẤY MẪU	CÁC CHỈ TIÊU (%)					
	P_2O_5	MgO	CaO	Al_2O_3	Fe_2O_3	SiO_2
12/9	14,08	1,75	16,93	6,59	3,36	42,48
17/9	17,25	1,20	19,65	6,61	3,28	46,62
19/9	17,30	1,70	19,63	4,77	3,23	48,66
23/9	15,62	1,65	18,30	5,73	3,24	49,96
28/9	16,52	1,67	19,47	5,63	3,44	49,63
3/10	17,10	1,17	20,23	5,05	3,75	47,21
10/10	16,85	1,37	19,71	5,34	3,60	48,63

2/ CÁC CHẾ ĐỘ CÔNG NGHỆ ĐÃ THỰC HIỆN

a) NĂNG SUẤT CẤP LIỆU VÀ CÁC CHỈ TIÊU Bùn QUANG

- Năng suất quặng 3 cấp vào tuyển trung bình: 2.796 tấn/ngày
- Nồng độ bùn vào tuyển trung bình: 38,04%
- Cấp hạt -0,074mm trong bùn quặng vào tuyển ngày thấp nhất 77,56%, ngày cao nhất là 84,72%, trung bình : 82,07%
- Hàm lượng P_2O_5 trong bùn quặng vào tuyển thấp nhất là 14,85% cao nhất là 17,46% trung bình là: 16,43%.
- Tỷ lệ tăng sót tách ra trong quá trình sản xuất: 2,26% tỷ lệ tăng sót đưa từ bãi vào quá trình sản xuất là: 6,24% như vậy tỷ lệ tăng sót vào tuyển đạt tỷ lệ 4,16%.

b) CHẾ ĐỘ THUỐC TUYỂN

Trong quá trình sản xuất chế độ thuốc tuyển thường xuyên được điều chỉnh trong phạm vi hẹp, nhằm ổn định về các chỉ tiêu về sản phẩm. Có 2 chế độ thuốc tuyển được phân biệt rõ ở đợt sản xuất thử này:

+ CHẾ ĐỘ 1

- Chi phí VH - 2000: 372g/tấn quặng 3 vào
- Chi phí Na_2SiO_3 : 400 g/tấn quặng 3 vào
- Chi phí Na_2CO_3 : 270 g/tấn quặng 3 vào
- Chi phí $FeSO_4$: 162 g/ tấn quặng 3 vào

+ CHẾ ĐỘ 2

Chi phí không khác nhiều so với chế độ 1, chế độ thuốc tuyển này nhằm cải tạo tính chất bột ở khâu tuyển tinh (có kết hợp các thao tác vận hành)

- Chi phí VH - 2000: 372g/ TQ3 vào (không cấp vào điểm giữa TC 2)
- Chi phí Na_2SiO_3 : 340 g/tấn quặng 3 vào
- Chi phí Na_2CO_3 : 320 g/tấn quặng 3 vào
- Chi phí $FeSO_4$: 162 g/ tấn quặng 3 vào

c) THỜI GIAN SẢN XUẤT THỬ

Thời gian sản xuất thử tính từ ngày 13/9 đến hết ngày 12/10/2001 (30 ngày). Như vậy thời gian sản xuất thử đủ dài để có thể đánh giá hiệu quả khi sử dụng thuốc tuyển VH - 2000

III- KẾT QUẢ SẢN XUẤT THỬ VÀ NHẬN XÉT

1/ KẾT QUẢ SẢN XUẤT THỬ:

Kết quả sản xuất thử (xem ở phụ lục 1), ở 2 chế độ thuốc tuyển hiệu quả tuyển nơi xấp xỉ nhau. Tuy nhiên ở chế độ 2 tính chất bột, hiệu quả tuyển tinh, hàm lượng P_2O_5 của sản phẩm trung gian hợp lý hơn, chế độ công nghệ các chỉ tiêu sản phẩm ổn định hơn.

- Trong báo cáo có nêu kết quả sản xuất ở một số thời điểm với các loại thuốc tuyển MD, thuốc trộn 50%MD với 50% VH2K2 để làm cơ sở so sánh, đánh giá hiệu quả sử dụng thuốc tuyển VH - 2000.

2. NHẬN XÉT:

a) Nguyên liệu:

- Qua nhiều năm sản xuất cho thấy về tính chất cơ lý, hoá học và tính khả tuyển của quặng Apatit loại 3 không ổn định. Do đó hiệu quả sản xuất không những phụ thuộc vào chất lượng thuốc tuyển, chất lượng thiết bị, khả năng vận hành mà còn phụ thuộc vào tính khả tuyển của nguyên liệu (quặng 3).

- Quá trình sản xuất thử 30 ngày nhìn chung hàm lượng P_2O_5 của quặng 3 ít biến động, về tính khả tuyển khá ổn định và ở mức trung bình để tuyển, đảm bảo tính khách quan về nguyên liệu cho sản xuất thử.

- Về tỷ lệ tăng sót: Do 2 máy đập CMD - 147 (số 2 và số 3) sự cô nhiều (đặc biệt là máy số 2) nên tỷ lệ tăng sót tách ra trong quá trình sản xuất nhiều hơn so với một số thời kỳ sản xuất trước đây (2,26%).

- Qua so liệu phân tích và lấy mẫu cho thấy tỷ lệ cấp hạt mịn trong quặng nguyên khai là khá cao. Do đó trong đợt sản xuất thử này hàm lượng cấp hạt - 0,074mm trong bùn tuyển là khá cao (82,04%) thuận lợi cho quá trình tuyển nổi. Tuy nhiên làm ảnh hưởng xấu đến hiệu quả lọc quặng tinh.

b) Về thuốc tuyển

- 20 ngày đầu sản xuất thử đã thực hiện chế độ cấp thuốc tuyển theo phương án 1. Theo kết quả phân tích (xem bảng phụ lục số 3) thấy rằng ở chế độ thuốc tuyển này bọt quặng tinh xấu, chất lượng quặng tinh không ổn định (chất lượng quặng tinh tuyển so với quặng tinh sau lọc chênh lệch nhau nhiều). Hàm lượng P_2O_5 của sản phẩm trung gian cao (xem phụ lục 4) các khâu tuyển tinh làm việc chưa đạt hiệu quả, có biểu hiện mất chọn lọc ở khâu tuyển tinh (xem kết quả phân tích bảng phụ lục số 4)

- 10 ngày cuối đợt sản xuất thử đã thực hiện chế độ cấp thuốc tuyển theo phương án 2 (xem kết quả phụ lục 2) với phương án cấp thuốc tuyển này bọt quặng tinh đã được cải thiện đáng kể đảm bảo được yêu cầu sản xuất, chất lượng quặng tinh ổn định các giai đoạn tuyển tinh đã hoạt động hiệu quả trở lại hàm lượng P_2O_5 trong sản phẩm trung gian hợp lý (xem phụ lục 4)

- Thuốc tuyển VH - 2000 có tính tập hợp mạnh, tuy nhiên tính chọn lọc chưa đạt được ổn định cao, còn có biểu hiện mất chọn lọc ở khâu tuyển tinh.

- Về tính chất bọt (kích thước, độ bền, thể tích...). Kích thước bọt mịn, có biểu hiện màng, khá dòn, thể tích hợp lý với điều kiện ngăn máy. Có thể do một số biểu hiện trên nên làm bọt khoáng hoá vỡ nhanh ở khâu tuyển tinh, hoặc di chuyển chậm lên bề mặt ngăn máy (do bọt có kích thước nhỏ) làm giảm khả năng chọn lọc của khâu tuyển tinh. Vì vậy quá trình vận hành khâu tuyển tinh để ổn định chất lượng quặng tinh còn gặp khó khăn hơn so với thuốc tuyển MD của AKZONOBELL.

c) Hiệu quả sản xuất

- Đã tiến hành so sánh hiệu quả sản xuất thử thuốc tuyển VH - 2000 với các đợt sản xuất với 100% MD - 20245, thuốc trên 50% MD với 50% VH2K2. Qua so sánh thấy hiệu quả tuyển nổi khi sử dụng VH - 2000 là khá cao. Nếu xét trong 1 tháng sản xuất thử kết

quả đạt bằng mức như khi sử dụng 100% MD - 20245 và thuốc trộn 50%MD với 50% VH2K2 (xem phụ lục số 1).

- Do ảnh hưởng của cấp hạt mịn trong quặng tinh (cấp hạt -0,04 trong quặng tinh trung bình trong 1 tháng sản xuất thử là: 80,64) nên trong thời gian sản xuất thử độ ẩm quặng lọc cao (trung bình là: 23,31). Nhưng qua kinh nghiệm nhiều năm sản xuất cho thấy độ ẩm quặng tinh lọc khi sử dụng VH - 2000 tương đương với khi sử dụng các loại thuốc tuyển khác).

IV- KẾT LUẬN VÀ ĐỀ NGHỊ

1/ KẾT LUẬN:

- Thuốc tuyển VH - 2000 có thể sử dụng độc lập để tuyển nổi quặng Apatít loại 3 Lào cai cho chất lượng quặng tinh đạt yêu cầu thương phẩm. Về hiệu quả tuyển nổi nếu dự báo lâu dài thì tương đương (ở giai đoạn sản xuất thử còn cao hơn) loại thuốc trộn 50% VH2K2 với 50% MD 20245 và xấp xỉ trên loại thuốc tuyển MD 20245 của Thụy Điển.

- Về chi phí thuốc tuyển VH - 2000 tương đương với thuốc tuyển MD-20245 của Thụy Điển và thuốc trộn 50%MD với 50% VH2K2.

- Về độ ổn định: Đạt yêu cầu sản xuất hiện nay của nhà máy tuy nhiên chưa đạt bằng thuốc tuyển MD- 20245 (đặc biệt về độ ổn định của chất lượng quặng và khả năng làm giàu chọn lọc ở khâu tuyển tinh).

- Về tính chất bột: Đạt được yêu cầu cho sản xuất ở thực tế công nghệ hiện nay. Tuy nhiên còn một số nhược điểm so với thuốc tuyển MD - 20245. Đặc biệt là cấu trúc bột.

2) ĐỀ NGHỊ:

- Những thời gian còn lại của năm 2001 và những tháng tiếp theo, tiếp tục cho sản xuất với thuốc tuyển VH - 2000 để khẳng định chính xác toàn diện hiệu quả sử dụng thuốc tuyển VH - 2000 của viện HHCN.

- Đề nghị Viện HHCN tiếp tục nghiên cứu hoàn thiện tính chất bột, độ ổn định, tính chọn lọc của thuốc tuyển VH - 2000 để nâng cao hiệu quả sản xuất khi sử dụng nó./.

KẾT QUẢ SẢN XUẤT VỚI THUỐC VII- 2000
TỪ NGÀY 13/9 ĐẾN NGÀY 12/10 NĂM 2001

Phụ lục số 1

Ngày	BÙN VÀO TUYẾN %			SẢN PHẨM %			QUẢNG LỘC %			Năng xuất vào tuyến Tấn/ ngày	Thu hoạch γ	Thực thu ε
	% rắn	-0,074 mm	P ₂ O ₅	Q. tính P ₂ O ₅	Quảng thái		P ₂ O ₅	-0,04 mm	H ₂ O			
13	37,70	82,28	14,85	33,28	4,80	16,83	32,24	86,54	26,23	3067	35,29	79,08
14	38,04	80,79	15,54	33,00	4,38	15,29	32,47	83,68	25,01	2513	38,99	82,81
15	38,62	79,50	16,14	33,31	5,41	16,29	32,78	80,75	25,46	2741	38,46	79,37
16	39,67	80,90	16,81	34,32	5,97	16,78	32,45	78,43	24,43	2811	38,24	78,06
17	37,66	83,83	17,46	33,54	5,57	15,41	32,64	76,39	23,22	2607	42,51	81,66
18	37,54	83,54	17,28	33,47	5,66	13,83	32,54	81,76	23,77	3250	41,78	80,93
19	39,33	82,35	16,65	33,60	5,14	15,00	32,35	79,04	23,61	2864	40,44	81,61
20	38,92	80,76	17,00	32,59	4,93	15,90	31,77	77,97	24,06	2171	43,64	83,65
21	37,29	84,72	16,36	32,18	5,23	14,87	31,52	79,66	24,24	3086	41,30	81,23
22	39,75	81,72	15,62	33,83	4,74	15,45	31,72	81,18	23,02	3004	37,40	81,00
23	37,82	78,89	16,00	34,34	5,01	15,41	33,49		23,86	2753	37,47	80,42
24	37,83	81,04	15,82	33,68	5,02	16,58	32,94		21,05	2539	37,68	80,23
25	38,17	86,79	15,79	33,24	4,57	15,91	32,29	78,30	22,40	2812	39,13	82,38
26	38,58	82,86	16,12	33,60	5,17	14,04	31,56	75,38	22,95	2940	38,52	80,28
27	40,33	82,32	16,45	34,49	5,67	13,81	31,91	82,23	22,87	1995	37,40	78,42
28	38,62	81,66	16,24	33,90	5,49	13,30	32,97	83,85	23,12	2713	37,84	78,99
29	39,79	83,66	16,52	33,76	5,70	15,21	32,58	80,96	22,88	2667	38,56	78,80
30	37,58	82,00	16,95	33,78	6,93	14,25	33,34	73,31	21,92	2966	37,32	74,37
1	38,12	77,56	17,20	33,27	5,66	13,54	32,97	76,20	22,04	3059	41,80	80,85
2	37,62	82,35	16,37	32,97	5,47	11,29	32,27	77,70	22,86	2494	39,64	79,83
3	36,37	83,45	16,53	33,89	5,67	10,25	33,10	80,43	23,10	2754	38,48	78,90
4	37,46	83,79	16,34	33,64	5,42	9,83	32,45	81,44	23,15	2747	38,70	79,67
5	36,79	83,04	16,70	33,77	5,21	10,62	33,05	75,31	21,51	3200	40,23	81,35
6	37,00	81,25	16,57	33,43	5,01	11,25	33,16	83,11	22,54	2956	40,68	82,06
7	37,93	79,84	16,31	34,26	5,32	10,51	32,80	78,19	22,58	2570	37,98	79,77
8	35,40	83,38	16,91	34,24	4,93	10,78	32,80	90,21	24,01	2389	40,87	82,76
9	38,25	81,49	16,37	33,94	5,12	12,79	33,48	83,39	23,37	3105	39,04	80,93
10	38,00	84,50	16,74	33,92	4,83	12,16	33,39	82,18	23,40	2906	40,94	82,90
11	36,95	81,27	16,80	34,53	5,34	10,37	34,38	86,52	23,51	3060	39,26	80,66
12	37,92	80,45	16,44	33,05	4,94	12,83	32,91	83,80	23,03	3133	40,91	82,24
TB	38,04	82,07	16,43	33,63	5,28	13,68	32,68	80,64	23,31	2795,73	39,34	80,52

KẾT QUẢ SẢN XUẤT VỚI THUỐC VH- 2000
TỪ NGÀY 3/10 ĐẾN NGÀY 12/10 NĂM 2001

Phụ lục số 2

Ngày	BÚN VÀO TUYẾN %			SẢN PHẨM %			QUẢNG LỘC %			Năng suất vào tuyến Tấn/ ngày	Thu hoạch γ	Thực thu ε
	% rắn	-0,074 mm	P ₂ O ₅	Q. tính P ₂ O ₅	Quặng thái		P ₂ O ₅	-0,04 mm	H ₂ O			
					P ₂ O ₅	% rắn						
3	36,37	83,45	16,53	33,89	5,67	10,25	33,10	80,43	23,10	2754	38,48	78,90
4	37,46	83,79	16,34	33,64	5,42	9,83	32,45	81,44	23,15	2747	38,70	79,67
5	36,79	83,04	16,70	33,77	5,21	10,62	33,05	75,31	21,51	3200	40,23	81,35
6	37,00	81,25	16,57	33,43	5,01	11,25	33,16	83,11	22,54	2956	40,68	82,06
7	37,93	79,84	16,31	34,26	5,32	10,51	32,80	78,19	22,58	2570	37,98	79,77
8	35,40	83,38	16,91	34,24	4,93	10,78	32,80	90,21	24,01	2389	40,87	82,76
9	38,25	81,49	16,37	33,94	5,12	12,79	33,48	83,39	23,37	3105	39,04	80,93
10	38,00	84,50	16,74	33,92	4,83	12,16	33,39	82,18	23,40	2906	40,94	82,96
11	36,95	81,27	16,80	34,53	5,34	10,37	34,38	86,52	23,51	3060	39,26	80,69
12	37,92	80,45	16,44	33,05	4,94	12,83	32,91	83,80	23,03	3133	40,91	82,24
TB	37,21	82,25	16,57	33,87	5,18	11,14	33,15	82,46	23,02	2882,00	39,71	81,16

KẾT QUẢ SẢN XUẤT VỚI THUỐC VH- 2000

TỪ NGÀY 13/9 ĐẾN NGÀY 2/10 NĂM 2001

Phụ lục số 3

Ngày	Bùn vào tuyến %			Sản phẩm %			Quảng lọc %			Năng xuất vào tuyến Tấn/ ngày	Thu hoạch γ	Thực thu ε
	% rắn	-0,074 mm	P ₂ O ₅	Q. tính P ₂ O ₅	Quảng thải		P ₂ O ₅	-0,04 mm	H ₂ O			
13	37,70	82,28	14,85	33,28	4,80	16,83	32,24	86,54	26,23	3067	35,29	79,08
14	38,04	80,79	15,54	33,00	4,38	15,29	32,47	83,68	25,01	2513	38,99	82,81
15	38,62	79,50	16,14	33,31	5,41	16,29	32,78	80,75	25,46	2741	38,46	79,37
16	39,67	80,90	16,81	34,32	5,97	16,78	32,45	78,43	24,43	2811	38,24	78,06
17	37,66	83,83	17,46	33,54	5,57	15,41	32,64	76,39	23,22	2607	42,51	81,66
18	37,54	83,54	17,28	33,47	5,66	13,83	32,54	81,76	23,77	3250	41,78	80,93
19	39,33	82,35	16,65	33,60	5,14	15,00	32,35	79,04	23,61	2864	40,44	81,61
20	38,92	80,76	17,00	32,59	4,93	15,90	31,77	77,97	24,06	2171	43,64	83,65
21	37,29	84,72	16,36	32,18	5,23	14,87	31,52	79,66	24,24	3086	41,30	81,23
22	39,75	81,72	15,62	33,83	4,74	15,45	31,72	81,18	23,02	3004	37,40	81,00
23	37,82	78,89	16,00	34,34	5,01	15,41	33,49		23,86	2753	37,47	80,42
24	37,83	81,04	15,82	33,68	5,02	16,58	32,94		21,05	2539	37,68	80,23
25	38,17	86,79	15,79	33,24	4,57	15,91	32,29	78,30	22,40	2812	39,13	82,38
26	38,58	82,86	16,12	33,60	5,17	14,04	31,56	75,38	22,95	2940	38,52	80,28
27	40,33	82,32	16,45	34,49	5,67	13,81	31,91	82,23	22,87	1995	37,40	78,42
28	38,62	81,66	16,24	33,90	5,49	13,30	32,97	83,85	23,12	2713	37,84	78,99
29	39,79	83,66	16,52	33,76	5,70	15,21	32,58	80,96	22,88	2667	38,56	78,80
30	37,58	82,00	16,95	33,78	6,93	14,25	33,34	73,31	21,92	2966	37,32	74,37
1	38,12	77,56	17,20	33,27	5,66	13,54	32,97	76,20	22,04	3059	41,80	80,85
2	37,62	82,35	16,37	32,97	5,47	11,29	32,27	77,70	22,86	2494	39,64	79,83
TB	38,45	81,98	16,36	33,51	5,33	14,95	32,44	79,63	23,45	2752,60	39,15	80,19

KẾT QUẢ PHÂN TÍCH KIỂM TRA MẪU P₂O₅

CỦA TRUNG GIAN 1- 2 - 3 VÀ BỘT TC . TT1 . TT2 VỚI THUỐC TUYẾN VH - 2000

Phụ lục số 4

S. PHẨM	T. GIAN	BỘT	BỘT	BỘT	GHI
% P ₂ O ₅	1+2+3	T. CHÍNH	T. TÍNH 1	T. TÍNH 2	CHÚ
Theo t.Kế	17,15	21,70	27,00	30,60	
Ngày 13/9	17,96				Chế độ thuốc thứ 1 Từ ngày 13/9 - 3/10
Ngày 14/9	19,71				
Ngày 15/9	22,15				
Ngày 16/9	24,05				
Ngày 17/9	22,37				
Ngày 18/9	22,76				
Ngày 19/9	21,16				
Ngày 20/9	17,75				
Ngày 21/9	21,1				
Ngày 22/9	21,4				
Ngày 23/9	24,05				
Ngày 24/9	21,27				
Ngày 25/9	19,35				
Ngày 26/9	19,63				
Ngày 27/9	21,46				
Ngày 28/9	21,05	30,94	32,02	33,33	
Ngày 29/9	20,49	30,56	33,05	33,79	
Ngày 30/9	23,55	30,07	32,25	33,4	
Ngày 1/10	18,78				Chế độ thuốc thứ 2 Từ ngày 3/10 - 12/10
Ngày 2/10	21,56				
Ngày 3/10	20,5				
Ngày 4/10	19,44	29,05	30,96	32,9	
Ngày 5/10	18,43				
Ngày 6/10	18,58	25,86	29,36	31,25	
Ngày 7/10	19,2	25,27	31,36	35,01	
Ngày 8/10	17,45	25,06	31,25	32,05	
Ngày 9/10	17,67	25,42	30,6	32,9	
Ngày 10/10	18,5	25,16	30,2	30,8	
Ngày 11/10	19,17	21,06	27,01	31,8	
Ngày 12/10	17,23	20,32	28,11	31,51	
T. Bình	20,26	26,25	30,56	32,61	

**BẢNG SO SÁNH CÁC CHỈ TIÊU CÔNG NGHỆ CỦA CÁC ĐỢT CHẠY THỬ
VÀ SẢN XUẤT VỚI MỘT SỐ LOẠI THUỐC TUYẾN**

Phụ lục số 4

STT	LOẠI THUỐC TUYẾN	THỜI GIAN	CÁC CHỈ TIÊU CÔNG NGHỆ				
			Quặng 3 % P_2O_5	Q tính % P_2O_5	Q thải % P_2O_5	Thu hoạch SP %	Thực thu % P_2O_5
1	Thuốc tuyến MD 20245	3/8 - 8/8 2001 SX	14.96	33.87	5.34	33.72	76.34
	Thuốc tuyến MD 20245	1/5 - 8/5 2000 SX	17.08	33.2	4.71	43.39	84.29
	Thuốc tuyến MD 20245	21/8 - 24/8 2001 SX	15.25	32.15	6.16	34.97	73.72
2	Thuốc tuyến VH 2000	13/9 - 22/9 2001 SX thử	16.5	33.31	5.15	33.78	80.95
3	Hỗn hợp MD và VH2K2 tỉ lệ 50/50	Cả tháng 7/2001 SX	15.55	33.35	5.09	37.01	79.38

CHỦ NHIỆM ĐỀ TÀI: *PGS.TS. Mai Ngọc Chúc*

NHỮNG NGƯỜI THAM GIA ĐỀ TÀI:

1. TS. Hoàng Văn Hoan
2. KS. Hà Văn Vội
3. KS. Bùi Đăng Học
4. KS. Lê Thị Hoa
5. KS. Lê Kim Liên
6. KS. Nguyễn Hoài Văn
7. KS. Nguyễn Ngọc Thanh
8. KS. Mai Thu Hiền
9. KS. Khương Trung Thủy
10. KS. Văn Thị Lan

I. ĐẶT VẤN ĐỀ

Mỏ quặng Apatit Lào Cai là một trong những mỏ quặng có trữ lượng lớn trên thế giới. Từ nhiều năm nay Công ty Apatit Lào Cai đã tổ chức khai thác nguồn nguyên liệu quý này để sản xuất phân bón phục vụ cho nông nghiệp. Quặng Apatit Lào Cai khai thác gồm 3 loại: Loại I là loại quặng có hàm lượng P_2O_5 lớn hơn 32% được sử dụng trực tiếp để sản xuất phân bón (Super phốt phát đơn), quặng loại II là loại quặng có hàm lượng P_2O_5 lớn hơn 20% và nhỏ hơn 32% được sử dụng làm nguyên liệu cho Nhà máy sản xuất phân lân nung chảy, quặng loại III là loại quặng có hàm lượng P_2O_5 chỉ đạt $15,8\% \pm 1$. Để sử dụng loại quặng này cần phải qua quá trình tuyển nổi để nâng hàm lượng P_2O_5 đạt tiêu chuẩn thương phẩm (lớn hơn 32%)

Nhà máy Tuyển quặng thuộc Công ty Apatit Việt nam được Liên xô trước đây thiết kế, chế tạo và lắp đặt thiết bị, theo đúng công suất thiết kế thì để đạt 760 tấn quặng tinh trong một năm cần phải cung cấp khoảng 1200 tấn thuốc tuyển.

Thuốc tuyển quặng Apatit là tập hợp hữu cơ có nhiều dạng khác nhau, chủ yếu trên cơ sở chất hoạt động bề mặt và được chế tạo từ nguồn nguyên liệu dầu mỡ thực vật hoặc hỗn hợp Hydrocacbon tách ra từ dầu mỏ. Trong quá trình tuyển nổi nhà máy đã sử dụng thuốc tuyển của Phần Lan với công nghệ tuyển khử slam và không tách tầng sót, sau đó và cho tới nay đang sử dụng thuốc tuyển MD của Thụy Điển. Do đặc thù của quặng Apatit loại III Lào Cai là nhiều slam và tầng sót nên xu hướng sử dụng thuốc tuyển hướng tới tận dụng quặng đầu vào và giảm hàm lượng P_2O_5 của quặng thải sau tuyển nhằm tăng thu hoạch và thực thu P_2O_5 là bức thiết.

Việc nghiên cứu tạo ra công nghệ sản xuất thuốc tuyển để thay thế dần thuốc nhập ngoại, tiết kiệm ngoại tệ và chủ động trong sản xuất là cần thiết và cấp bách. Vào đầu những năm 1990 Viện Hoá học Công nghiệp đã đề xuất và chủ trì đề tài nghiên cứu cấp nhà nước Mã Số KC-06-01 thuộc chương trình KC-06 với nội dung nghiên cứu công nghệ sản xuất thuốc tuyển nổi quặng Apatit loại III. Đề tài đã nghiên cứu thành công tạo ra thuốc tập hợp ký hiệu DPO-93 bao gồm hai thành phần chính là DO (Chế tạo từ dầu Diezen) và PO (chế tạo từ dầu thực vật). Thuốc tập hợp hữu cơ DPO-93 đã được sản xuất thử nghiệm trên dây chuyền Pilot và tuyển thử tại

nhà máy Tuyển quặng Apatit loại III Lào cai. Sau khi tuyển trên dây chuyền sản xuất công nghiệp, thuốc tập hợp DPO-93 có ưu điểm so với thuốc MD của Thụy Điển là tính tập hợp và chọn lọc tốt đảm bảo quặng tinh đạt tiêu chuẩn thương phẩm với hàm lượng P_2O_5 lớn hơn 32%. Tuy vậy thuốc tập hợp tuyển DPO-93 cũng có nhược điểm cơ bản mà nhà máy không sử dụng để sản xuất công nghiệp được đó là: tính chọn lọc kém (làm cho hàm lượng P_2O_5 trong quặng thải cao tới 8.5%) dải điều chỉnh của thuốc hẹp, không ổn định khi quặng đầu vào thay đổi, bột dai khó tuyển không phù hợp với công nghệ tuyển hiện nay của nhà máy.

Xuất phát từ thực tế đó Viện Hoá học Công nghiệp đã tập trung nghiên cứu phát triển nhằm hoàn thiện công nghệ trước đây đồng thời nghiên cứu bổ xung công nghệ mới nhằm khắc phục nhược điểm. Một trong những nội dung đó là xây dựng đề tài “Nghiên cứu nâng cao chất lượng thuốc tuyển quặng Apatit loại III Lào cai “.

II. MỤC TIÊU CỦA ĐỀ TÀI

1. Hoàn thiện công nghệ sản xuất thuốc tuyển nổi quặng Apatit loại III Lào Cai, nâng cao chất lượng thuốc tuyển phù hợp với công nghệ tuyển quặng hiện nay của Nhà máy.
2. Chất lượng thuốc tuyển phải đạt:
 - Tính khả tuyển cao
 - Tính chọn lọc và tạo bọt tốt.
 - Đảm bảo cho công nghệ tuyển không cần khử Slam và tăng sót.
 - Đảm bảo tiêu chuẩn quặng thương phẩm:
 - Hàm lượng P_2O_5 trong quặng tinh đạt 32-33% và hàm lượng P_2O_5 trong quặng thải (quặng đuôi) 6-6.5% nếu quặng đầu vào có hàm lượng $P_2O_5 \geq 16\%$
 - Hàm lượng P_2O_5 trong quặng tinh đạt 32-33% và hàm lượng P_2O_5 trong quặng thải là 5.5-6% nếu đầu vào có hàm lượng $P_2O_5 \leq 15\%$
3. Thay thế từng bước hàng nhập ngoại (năm 2001 là 40% và 2002 là 60%)
4. Xây dựng chỉ tiêu chất lượng, quy cách, phẩm chất của thuốc tuyển nổi quặng Apatit loại III Lào Cai.

III. GIỚI THIỆU VÀ TÓM TẮT CÁC CÔNG TRÌNH NCKH

1. Tình hình nghiên cứu trên thế giới.

Tập hợp thuốc tuyển quặng dùng trong tuyển nổi các loại quặng Apatit loại III nghèo P_2O_5 đã được các nước nghiên cứu và đưa vào sản xuất quy mô công nghiệp như Liên Bang Nga, Mỹ, Anh, Hà Lan, Thụy Điển...

Đối với quặng Apatit nghèo P_2O_5 tùy thuộc vào mỏ khác nhau mà chúng có đặc thù riêng. Vì vậy để tuyển nổi người ta đặc biệt quan tâm tới thuốc tuyển phù hợp cho từng loại quặng, coi đây là yếu tố quyết định năng suất, chất lượng tuyển nổi. Một ví dụ như thuốc tuyển của Mỹ, Anh, Pháp hiện nay đang bán rộng rãi trên thị trường nhưng đưa vào tuyển thí nghiệm thử tại Apatit Lào Cai thì hiệu quả lại rất kém. Sau hàng chục năm nghiên cứu cho tới nay Thụy Điển mới thành công chế tạo được thuốc tuyển quặng Apatit Lào Cai của nước ta, mã số MD-20245.

Đặc biệt vào cuối năm 2001, đầu năm 2002, Thụy Điển tiếp tục nghiên cứu và đưa ra loại thuốc mã số MD-20370 có tính năng ưu việt hơn hẳn thuốc MD-20245 về tính tập hợp và tính chọn lọc.

2. Tình hình nghiên cứu trong nước.

Một số Viện đã tổ chức nghiên cứu, có công bố vấn đề và đã sản xuất thử như Viện Hoá học Công Nghiệp, Trung tâm KHTN & CN Quốc gia.

Chất lượng thuốc tuyển của chúng ta hiện nay đạt trình độ thấp, chưa có khả năng đưa vào sản xuất để thay thế hoàn toàn thuốc tuyển của nước ngoài. Ví dụ thuốc tuyển DPO - 93 của Viện Hoá học Công Nghiệp hiện nay khi đưa vào sản xuất tại Công ty Apatit Lào Cai còn nhiều nhược điểm: Quặng thải cao (8,5% P_2O_5), tính khả tuyển, tính ổn định thấp, bột dai và nhiều bột làm hạn chế năng suất tuyển, chỉ phù hợp với điều kiện chạy trên thiết bị hiện có của Nhà máy (năng suất khoảng 80%) và chỉ phù hợp trong điều kiện có khử Slam và khử tảng sót. Trong khi đó hiện nay thuốc tập hợp MD-20245 của Thụy Điển cho các đặc tính trội hơn hẳn: quặng thải chỉ còn 5% P_2O_5 , không cần khử Slam, không khử tảng sót, giải điều chỉnh rộng, tính tuyển ổn định và có tính khả tuyển cao (xin lưu ý đây là loại thuốc tuyển mới được cải tiến, còn loại thuốc trước đây của Thụy Điển khi đưa vào sử dụng tại Việt nam chất lượng tương tự như DPO-93 của Viện Hoá học Công Nghiệp).

IV. PHẦN TỔNG QUAN VỀ LÝ THUYẾT.

Phần tổng quan về lý thuyết, chúng tôi đã trình bày chi tiết trong báo cáo tổng kết các kết quả nghiên cứu khoa học công nghệ giai đoạn 1991-1995 và giai đoạn 1998-2001 (“Tuyển tập các công trình nghiên cứu công nghệ sản xuất thuốc tập hợp hữu cơ để tuyển nổi quặng Apatit loại III Lào Cai.”)

V. PHẦN KẾT QUẢ NGHIÊN CỨU

1. Hoàn thiện công nghệ sản xuất Thuốc tuyển

Bao gồm : Oxy hoá Parafin và sản xuất axit béo thực vật.

Kết quả cụ thể: Đạt chỉ tiêu chất lượng và ổn định công nghệ sản xuất trên dây chuyền Pilot 220 tấn/năm.

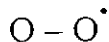
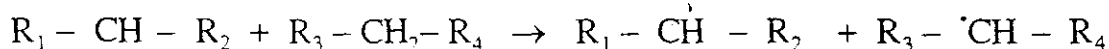
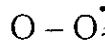
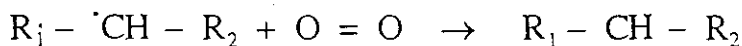
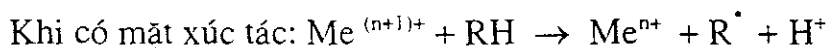
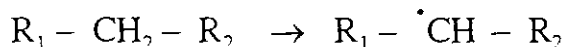
1.1. Hoàn thiện công nghệ oxy hoá Parafin lỏng.

* Cơ chế hoá học của quá trình oxy hoá các parafin để tạo ra axit béo và các hợp chất chứa oxy khác phục vụ cho mục đích tuyển nổi

Theo các tài liệu phản ứng oxy hoá parafin bằng oxy không khí có thể xảy ra theo cơ chế peoxit gốc dây chuyền.

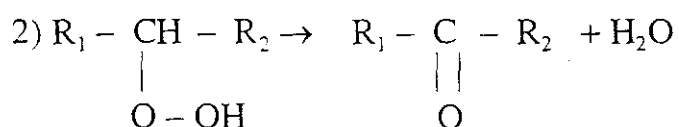
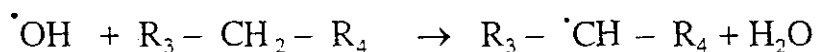
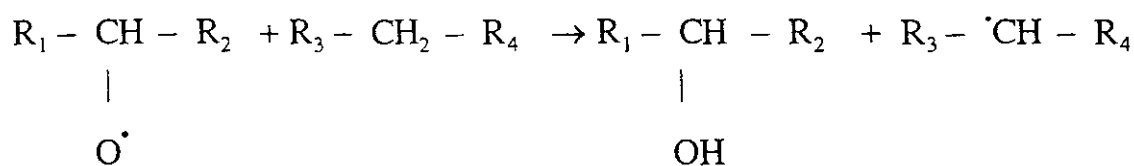
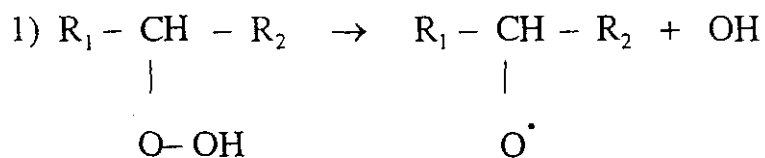
Giai đoạn I:

t^0



Giai đoạn 2.

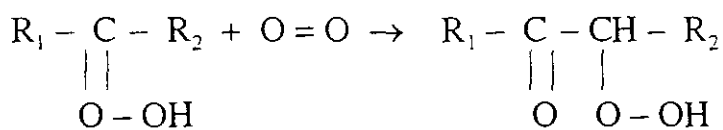
Ở giai đoạn 2 các phản ứng có khả năng xảy ra theo hướng sau:



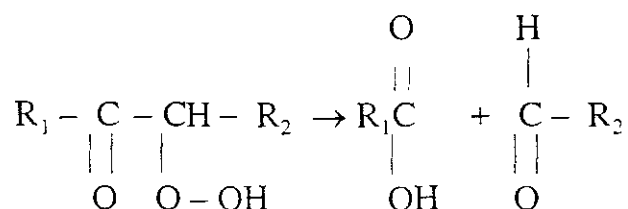
Trong các giai đoạn này phụ thuộc vào điều kiện phản ứng mà hình thành các sản phẩm trung gian: xeton, ancol bậc 2 theo các tỷ lệ khác nhau.

Giai đoạn 3.

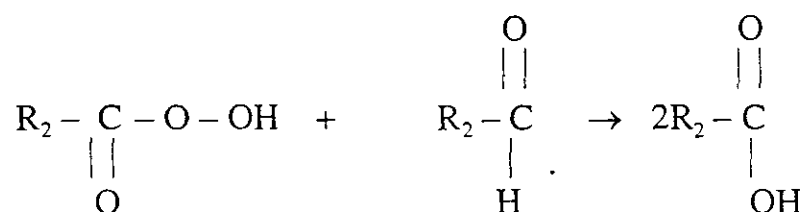
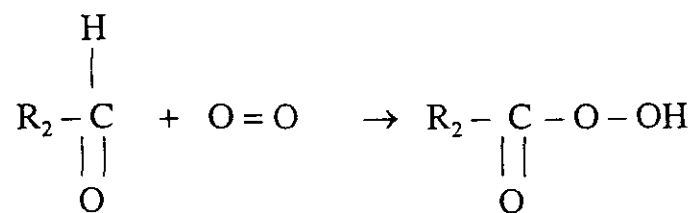
Nhiều tác giả cho rằng các xeton được tạo ra từ peoxit bị oxy hoá trực tiếp tiếp thành α -hydroxi peoxit



Tiếp theo peoxit này sẽ bị phân huỷ thành axit cacboxilic và andehyt:



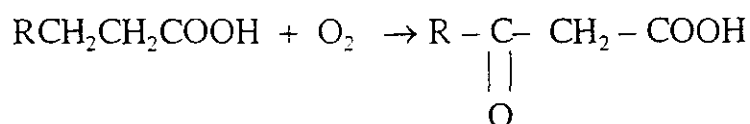
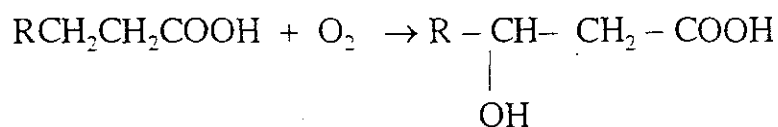
Andehyt tiếp tục bị oxy hoá thành axit



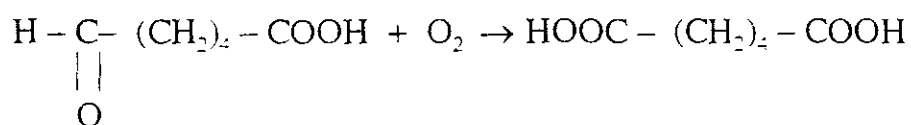
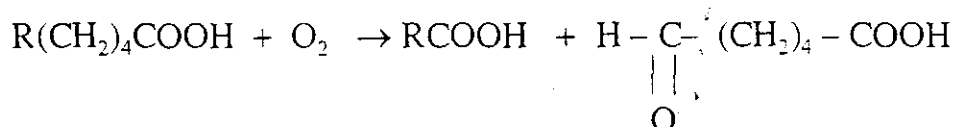
Các ancol bậc 2 cũng bị oxy hoá tiếp tục thành xeton rồi chuyển sang axit béo, như vậy số nguyên tử cacbon trong phân tử axit béo được tạo thành luôn luôn ít hơn số nguyên tử cacbon của parafin tham gia phản ứng

Những hợp chất phụ khác

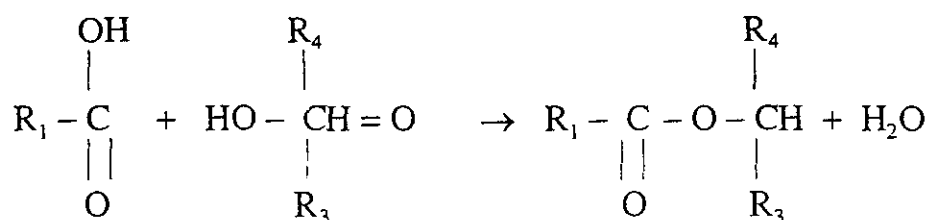
Các axit béo có số nguyên tử cacbon > 20 dễ bị oxy hoá trực tiếp thành các hợp chất đa chức



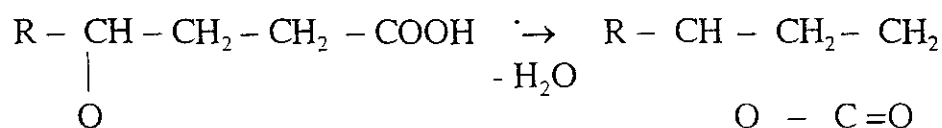
Sau đó bị cắt mạch tạo thành axit dicarboxylic



Có thể tạo thành este



Hoặc tạo ra các este nội phân (lacton)



Sự tạo thành các este nội phân xảy ra nhiều khi phản ứng oxy hoá thực hiện ở nhiệt độ cao và thời gian oxy hoá bị kéo dài. Các lacton sau khi kiểm hoá lại bị phá huỷ thành các hydroxy axit. Các izo-hydrocacbon dễ tạo thành các hợp chất đa chức.

Tóm lại phản ứng oxy hoá parafin là quá trình rất phức tạp đòi hỏi nghiên cứu kỹ lưỡng về điều kiện phản ứng (nhiệt độ, thời gian, tỷ lệ xúc tác, thành phần hydrocacbon...), cấu tạo tháp phản ứng thì mới đạt được sản phẩm mong muốn.

Trong công nghệ chế tạo thuốc tập hợp hữu cơ dùng để tuyển nổi quặng Apatit loại III Lào Cai, một thành phần quan trọng của tập hợp này là DO. Đó là sản phẩm oxy hoá parafin lỏng có nhiệt độ sôi từ 275-350°C và 350-450°C. Tại thời điểm đầu, Viện Hoá học Công Nghiệp đã sử dụng phân đoạn parafin lỏng của mỏ dầu Bạch Hổ Việt Nam sản xuất được sản phẩm DPO-93 dùng để tuyển quặng Apatit loại III Lào Cai. Sản phẩm này đã được thử nghiệm tuyển thử trong phòng thí nghiệm và quy mô bán công nghiệp và đã được đánh giá là tương đương với sản phẩm nhập ngoại. Tuy nhiên, khi áp dụng vào sản xuất, công nghệ đã gặp phải trở ngại lớn:

- Công nghệ sản xuất phức tạp trong khâu sunphuric hoá dầu DO để tách parafin lỏng

- Lượng chất thải lớn (5,5 tấn chất thải /1 tấn sản phẩm) việc xử lý lượng chất thải này rất tốn kém và phức tạp.

Để khắc phục những khó khăn trong công nghệ sản xuất thuốc tuyến, Viện Hoá học Công Nghiệp đã tập trung nghiên cứu công nghệ sử dụng trực tiếp parafin lỏng trên thị trường trong quá trình oxy hoá. Giải quyết được vấn đề này sẽ đem lại hiệu quả kinh tế cao, dây chuyền sản xuất sẽ được đơn giản hoá, đặc biệt trong khâu xử lý môi trường.

Từ những năm 1996, một số Công ty nước ngoài chào bán parafin lỏng trên thị trường Việt nam. Một số parafin lỏng đó có thành phần gần giống với parafin lỏng tách từ dầu DO, Viện Hoá học Công Nghiệp đã được Tổng Công ty phê duyệt đề tài “ Nghiên cứu chế tạo thuốc tuyến DPO-93 trực tiếp từ nguyên liệu parafin lỏng thay thế nguyên liệu dầu DO “

Mục đích của đề tài là xây dựng quy trình công nghệ sản xuất thuốc tập hợp DPO-93 trên cơ sở oxy hoá trực tiếp parafin lỏng có sẵn trên thị trường. Và để đạt được mục đích, đề tài đã thực hiện các nội dung:

- Khảo sát nguồn parafin lỏng trên thị trường, lựa chọn nguồn nguyên liệu thích hợp và có khả năng cung cấp ổn định.
- Nghiên cứu các yếu tố trong quá trình oxy hoá parafin lỏng
- Thử nghiệm đánh giá sản phẩm.

(Xem chi tiết phụ lục 2- Tuyển tập Báo cáo tổng kết Công nghệ sản xuất thuốc tuyến quặng Apatit loại III Lào Cai năm 2001 của Viện Hoá học Công Nghiệp)

Trong khuôn khổ đề tài cấp Tổng Công ty, Viện Hoá học Công Nghiệp đã thành công trong việc nghiên cứu oxy hoá trực tiếp parafin lỏng nhập từ Trung Quốc thay thế Parafin tách từ dầu DO. Kết quả nghiên cứu đã được ứng dụng vào sản xuất tại xưởng Thuốc tuyến. Viện Hoá học Công Nghiệp năm 1999 đã sản xuất được 50 tấn cung cấp cho Công ty Apatit Việt nam.

Tuy nhiên Thuốc Tuyến DPO-93 đã được cải tiến khi đưa vào sử dụng tại nhà máy tuyến còn có một số nhược điểm so với thuốc tuyến MD-20245 của Thụy Điển: bột dai khó đập, hàm lượng P_2O_5 trong quặng thải cao, thu hoạch và thực thu thấp, vì vậy giá thành xuất xưởng còn cao. Chính vì những lý do trên, việc nghiên cứu để cải tiến chất lượng thuốc tuyến là cần thiết. Với các mục đích thực tiễn, khoa học, Viện Hoá học công nghiệp tiếp tục tổ chức nghiên cứu hoàn thiện công nghệ oxy hoá parafin trong phòng thí nghiệm và trên dây chuyền sản xuất với công suất 120 tấn/năm.

Mục tiêu nghiên cứu :

1. Làm chủ kỹ thuật oxy hoá parafin nhằm sản xuất DO với chỉ tiêu kỹ thuật mong muốn
2. Nâng cao chất lượng của thuốc tuyển DPO-93 để khi áp dụng tuyển công nghiệp sẽ tăng tỷ lệ thu hoạch và thực thu.
3. Hàm lượng quặng tinh đạt $> 32 \%$
4. Hàm lượng quặng thải đạt $< 6\%$
5. Ứng dụng kết quả nghiên cứu oxy hoá parafin để sản xuất thuốc tuyển nổi cung cấp cho Công ty Apatit Việt Nam.

Nội dung nghiên cứu :

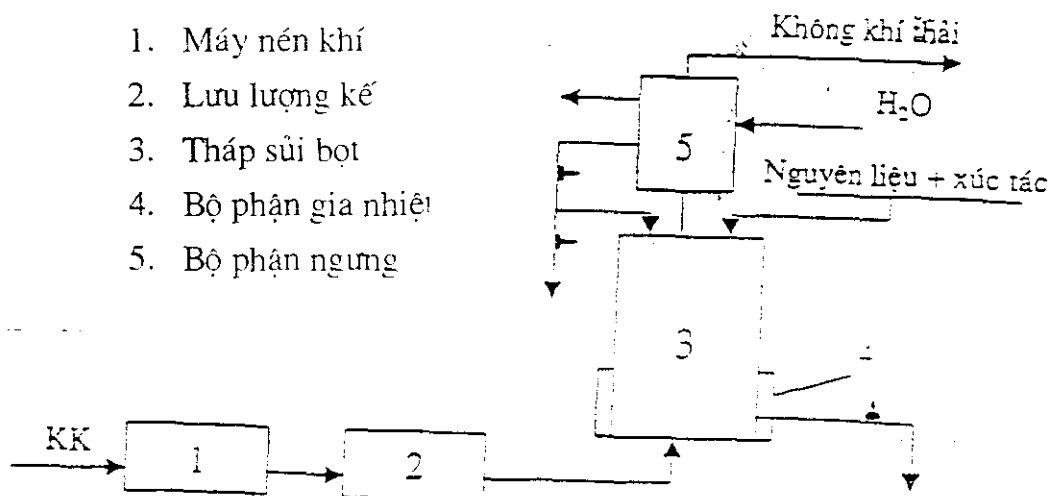
1. Nghiên cứu oxy hoá trong phòng thí nghiệm (PTN) các phân đoạn parafin có nhiệt độ sôi khác nhau.
2. Nghiên cứu công nghệ trung hoà, lắng tách sản phẩm.
3. Nghiên cứu sự ảnh hưởng của lượng dầu trong sản phẩm đến chất lượng thuốc tuyển.
4. Phối chế PO-93 thành thuốc tuyển cho quặng apatit loại III để nghiên cứu trong PTN
5. Hoàn thiện quy trình công nghệ, ứng dụng vào sản xuất

Kết quả nghiên cứu :

a. Sơ đồ thí nghiệm:

Các thí nghiệm Oxy hoá trong PTN được thực hiện trên hệ thống oxy hoá thủy tinh cỡ 100-150 g/mẻ.

1. Máy nén khí
2. Lưu lượng kế
3. Tháp sủi bọt
4. Bộ phận gia nhiệt
5. Bộ phận ngưng



Tháp oxy hóa làm việc theo nguyên tắc tháp sủi bọt. Tháp có đường kính $\phi = 20\text{mm}$, chiều cao $h=800\text{mm}$. Để ngưng tụ các hợp chất dễ bay hơi và nước phản ứng, phía trên tháp nối với sinh hàn hồi lưu và bộ phận tách nước, các hợp chất dễ bay hơi được ngưng tụ và quay lại tháp phản ứng, nước do phản ứng sinh ra được tách ra ngoài qua bộ phận tách nước.

Nhiệt độ phản ứng được điều khiển tự động bằng rơ le nhiệt với độ chính xác $+1^{\circ}\text{C}$. Không khí đưa vào nhờ máy nén khí qua lưu lượng kế và sục vào phía dưới tháp oxy hoá. Parafin lỏng và xúc tác đưa vào phía trên của tháp. Các mẫu phân tích và sản phẩm được lấy ra qua van dưới đáy tháp.

b. Kết quả oxyhoá mẫu parafin lỏng khác nhau :

Nhằm khảo sát ảnh hưởng của chiều dài mạch cacbon đến công nghệ oxy hoá, chỉ số axit của sản phẩm, tính chất bột của sản phẩm khi tuyển nổi để tìm ra loại parafin thích hợp, chúng tôi tiến hành khảo sát một loạt các thí nghiệm oxy hoá các mẫu parafin có khoảng nhiệt độ sôi khác nhau và tạo ra lượng thuốc tuyển để thử tuyển quặng apatit loại III trên các mẫu parafin đó.

Kết quả oxy hoá ở bảng 1. Kết quả thí nghiệm (TN) tuyển ở bảng 2

Bảng 1 : Kết quả oxy hoá các mẫu parafin lỏng

Chế độ phản ứng : Lượng parafin lỏng : 100 g.
 Vận tốc sục khí : 100 l/h
 Xúc tác : 0,1 %
 Nhiệt độ phản ứng : 150°C
 Thời gian phản ứng : 5 giờ

Bảng 1

	M_0 P lỏng tách từ DO	M_1	M_2	M_3	M_4	M_5	M_6
Khoảng t° sôi $^{\circ}\text{C}$	292-362	202-381	260-385	268-397	270-390	230-360	260-350
CSA mgKOH/g oxydat	42.-.5	59.,5	49	46	50.5	47	48,4
CSA mgKOH/g sản phẩm	117.7	140	100	95.5	96	122.6	132.9

**Bảng 2: Kết quả TN tuyến sơ bộ với các mẫu thuốc tuyến
chế xuất từ các loại Parafin lỏng khác nhau**

TN-SP	Trọng lượng (gam)	Thu hoạch %	Hàm lượng % P ₂ O ₅	V bột	ĐKTN
M ₀					
Quặng tinh	90,5	46,05	26,5	1200	Na ₂ SiO ₃ : 1200 g/T
Quặng thái	106	53,95	8,91	410	M ₀ /PO ₉₃ : 240/160
Công	196,5	100	17,01		
M ₁					
Quặng tinh	98	49,7	25,7	1500	Na ₂ SiO ₃ : 1200 g/T
Quặng thái	99	50,3	8,64	430	M ₁ /PO ₉₃ : 240/160
Công	197	100	17,1		
M ₂					
Quặng tinh	127	61,4	22,4	1600	Na ₂ SiO ₃ : 1200 g/T
Quặng thái	80	38,6	8,17	480	M ₂ /PO ₉₃ : 240/160
Công	207	100	16,9		
M ₃					
Quặng tinh	112	57,6	22,99	2200	Na ₂ SiO ₃ : 1200 g/T
Quặng thái	82,5	42,4	9,39	460	M ₃ /PO ₉₃ : 240/160
Công	194,5	100	17,22		
M ₄					
Quặng tinh	111	56,6	23,31	2700	Na ₂ SiO ₃ : 1200 g/T
Quặng thái	85	43,4	8,58	460	M ₄ /PO ₉₃ : 240/160
Công	196	100	16,92		
M ₅					
Quặng tinh	92	47,3	26,08	900	Na ₂ SiO ₃ : 1200 g/T
Quặng thái	100,5	52,2	8,84	360	M ₅ /PO ₉₃ : 240/160
Công	192,5	100	17,08		
M ₆					
Quặng tinh	102	52,6	25,11	1000	Na ₂ SiO ₃ : 1200 g/T
Quặng thái	92	47,4	8,13	400	M ₆ /PO ₉₃ : 240/160
Công	194	100	17,06		
MD					
Quặng tinh	87	44,7	26,75	500	Na ₂ SiO ₃ : 600 g/T
Quặng thái	107,5	55,3	9,12	300	Na ₂ CO ₃ : 200 g/T
Công	194,5	100	17,01		MD : 400 g/T
MTK					
Quặng tinh	118,5	61,1	22,98	1800	Na ₂ SiO ₃ : 1200 g/T
Quặng thái	75,5	38,9	8,17	500	MTK : 400 g/T
Công	194	100	17,22		

Ghi chú : các TN trên làm trên máy tuyến 0,75 l lượng quặng III 200 gam, hàm lượng P₂O₅ quặng đầu vào là 17,16.

Khảo sát các TN oxy hoá cho thấy các mẫu M_1 , M_5 , M_6 cho sản phẩm có CSA cao tương tự như M_0 (Tách ra từ dầu DO).

Các kết quả tuyến sơ bộ các mẫu M_1 , M_5 , M_6 có độ dai bột nhỏ hơn của M_2 , M_3 , M_4 trong đó mẫu M_5 có thể tích bột nhỏ nhất trong các mẫu parafin. Từ đó chúng tôi chọn mẫu M_5 làm đối tượng để nghiên cứu, để thay thế cho parafin lỏng mẫu M_2 .

Nghiên cứu ảnh hưởng của tốc độ sục khí lên quá trình phản ứng.

Bảng 3 :Ảnh hưởng của tốc độ sục khí lên quá trình phản ứng.

Lượng Parafin : 100 g

Nồng độ xúc tác : 0,1 %

T^o phản ứng : 140°C

Thời gian phản ứng : 5 giờ

Vkk l/h	CSA mg KOH/g	CSX mg KOH/g	CSE mg KOH/g
60	15,40	77,8	62,4
80	28,00	112,5	84,5
100	37,50	131,3	93,8
120	40,56	135,3	94,7

Bảng 4

Lượng Parafin : 100 g

Nồng độ xúc tác : 0,1 %

T^o phản ứng : 140°C

Thời gian phản ứng : 10 giờ

Vkk l/h	CSA mg KOH/g	CSX mg KOH/g	CSE mg KOH/g
60	38,50	104	65,5
80	50,20	126,6	76,4
100	55,46	135,26	79,8
120	61,50	155,4	93,9

Bảng 5

Lượng Parafin : 50 g

Nồng độ xúc tác : 0,1 %

Dầu thu hồi : 50 g

T^o phản ứng : 140°C

Thời gian phản ứng : 5 giờ

Vkk l/h	CSA mg KOH/g	CSX mg KOH/g	CSE mg KOH/g
60	41,5	138,4	93,9
80	45,9	143,0	97,1
100	47,3	142,6	95,3
120	50,0	149,9	99,9

Bảng 6

Lượng Parafin : 50 g

Nồng độ xúc tác : 0,1 %

Dầu thu hồi : 50 g

T^o phản ứng : 145°C

Thời gian phản ứng : 5 giờ

Vkk l/h	CSA mg KOH/g	CSX mg KOH/g	CSE mg KOH/g
60	45,6	142,0	96,4
80	49,2	146,8	97,6
100	56,5	154,3	97,8
120	60,5	159,0	98,5

Áp dụng các kết quả nghiên cứu trong PTN vào sản xuất công nghệ chế tạo thuốc VH_{2K2}.
Thay đổi chế độ công nghệ chế tạo DO.

Vkk : 60 m³/hT^o phản ứng : 145 °C

Thời gian phản ứng : 5 -6 giờ

Kết hợp với sử dụng phân đoạn Parafin M₃ đã cải thiện tính chất bột của thuốc.

Nghiên cứu ảnh hưởng của lượng dầu trong sản phẩm (hợp chất chứa oxy không xà phòng hoá) đến chất lượng thuốc tuyến.

Bảng 7

TN-SP	Trọng lượng (gam)	Thu hoạch %	Hàm lượng % P ₂ O ₅	V bột	Hàm lượng dầu
TN-1					
Quặng tinh	88,5	43,28	26,57	650	0
Quặng thải	116	56,72	9,13	250	
Công	204,5	100	16,68		
TN-2					
Quặng tinh	86	42,57	26,85	650	0,5
Quặng thải	116	57,43	9,22	230	
Công	202	100	16,46		
TN-3					
Quặng tinh	82	40,0	26,9	620	1
Quặng thải	123	60,0	9,59	230	
Công	205	100	16,51		
TN-4					
Quặng tinh	79,5	39,07	27,69	550	2
Quặng thải	124	60,93	9,64	240	
Công	203,5	100	16,69		

TN-5					
Quặng tinh	80,5	40,15	27,28	550	3
Quặng thải	120	59,85	9,18	260	
Cộng	200,5	100	16,48		
TN-6					
Quặng tinh	71	34,98	28,3	550	5
Quặng thải	132	65,02	10,19	250	
Cộng	203	100	16,52		
TN-7					
Quặng tinh	70	34,08	27,9	550	6
Quặng thải	135	66,70	10,39	250	
Cộng	205	100	16,39		

Điều kiện thí nghiệm: Na_2SiO_3 : 600g/T

Na_2CO_3 : 150g/T

Thuốc tập hợp : 350g/T

Từ các nghiên cứu về ảnh hưởng của hàm lượng các chất không xà phòng hoá đến chất lượng thuốc tuyển cho thấy lượng dầu trong DO không làm tăng thể tích bột tuyển nổi.

Khi tăng dần lượng từ 1-5% trong DO thì bột tuyển nổi giảm (Giảm đi độ dai bột). Khi tăng lượng dầu lên quá 5% thì thể tích bột không giảm mà tính tập hợp của thuốc giảm đi.

Vì vậy, trong sản phẩm cần khống chế để lượng dầu dư khoảng 2-3%, không nhất thiết phải khống chế < 1%.

1.2. Hoàn thiện công nghệ sản xuất axit béo trên dây chuyền Pilot

Thuốc tuyển quặng Apatit là một tập hợp hữu cơ có nhiều dạng khác nhau chủ yếu dựa trên cơ sở chất hoạt động bề mặt và được chế tạo từ nguồn nguyên liệu dầu mỡ thực vật hoặc sản phẩm oxy hoá hydrocarbon tách ra từ dầu mỏ. Việc nghiên cứu tạo ra công nghệ sản xuất thuốc tuyển để thay thế thuốc nhập ngoại tiết kiệm ngoại tệ và chủ động trong sản xuất là cần thiết và cấp bách. Viện Hoá học Công Nghiệp đã đưa ra công nghệ sản xuất thuốc tập hợp hữu cơ DPO-93 và sản phẩm đã được thử tuyển trên dây chuyền sản xuất của nhà máy tuyển quặng Apatit Lào Cai, bước đầu cho kết quả khả quan. Tuy nhiên thuốc DPO-93 cải tiến còn bộc lộ một số nhược điểm như: tính chọn lọc chưa cao, dải điều chỉnh của thuốc hẹp, không ổn định khi quặng đầu vào thay đổi, bột dai khó tuyển. Để khắc phục các nhược điểm trên, Viện Hoá học Công Nghiệp đã tập trung nghiên cứu nâng cao chất lượng thuốc tuyển bằng nguồn nguyên liệu trong nước, đặc biệt là nguồn phế thải công nghiệp sản xuất dầu ăn, chế biến thủy hải sản nhằm từng bước hạ giá thành sản phẩm, góp phần trong việc xử lý môi trường một

số khu công nghiệp. Năm 2000 Viện Hoá học Công Nghiệp được Bộ Công nghiệp xét duyệt đề tài: “ Nghiên cứu công nghệ tách axit béo từ nguồn nguyên liệu thực vật và phế thải công nghiệp làm nguyên liệu sản xuất thuốc tuyến quặng Apatit.”

Mục tiêu nghiên cứu:

- Tìm kiếm nguồn nguyên liệu axit béo từ một số dầu thực vật đặc biệt là dầu sản phẩm
- Tận dụng nguồn phế thải từ nhà máy sản xuất dầu thực vật; phế thải trong quá trình chế biến hải sản (Dầu gan cá).
- Nghiên cứu công nghệ chế biến nguồn nguyên liệu này thành sản phẩm sử dụng trong tập hợp hữu cơ dùng trong tuyến quặng

Nội dung nghiên cứu:

1. Khảo sát và giới thiệu các loại axit béo sử dụng làm thuốc tuyến quặng Apatit.
2. Giới thiệu một số axit béo đã được sử dụng làm nguyên liệu sản xuất thuốc tuyến quặng Apatit.
3. Nghiên cứu công nghệ tách axit béo từ hạt sò.
4. Nghiên cứu công nghệ thu hồi axit oleic từ bã thải trong quá trình tinh luyện dầu.
5. Nghiên cứu công nghệ thu hồi axit béo từ dầu gan cá ngừ , cá linh.
6. Nghiên cứu ứng dụng axit béo làm thuốc tập hợp tuyến nổi quặng Apatit.

Những kết quả thu được:

1. Đã khảo sát, giới thiệu các loại axit béo sử dụng làm thuốc tuyến quặng Apatit, đưa ra thành phần hoá học của một số dầu béo, một số đặc tính lý hoá của một số dầu thực vật thông dụng, đặc tính của dầu gan cá, phân trăm thành phần của axit béo dầu gan cá.
2. Đã giới thiệu một số axit béo được sử dụng làm nguyên liệu sản xuất thuốc tuyến quặng Apatit như axit oleic KT; axit béo KT (TJKK); MTK.
3. Nghiên cứu công nghệ tách axit béo từ hạt Sò:
 - 3.1. Công trình đã đưa ra quy trình ép dầu sò theo 2 phương pháp ép nguội và ép nóng và nhận thấy rằng ép nóng cho hiệu suất cao (80%) , dầu thu được đã được xác định các chỉ số vật lý.

3.2. Nghiên cứu công nghệ thuỷ phân dầu sở thu axit béo.

- Lựa chọn và sử dụng 2 phương pháp:

+ Phương pháp thuỷ phân kiềm xúc tác

+ Phương pháp thuỷ phân axit xúc tác.

- Đã khảo sát các yếu tố nhiệt động trong quá trình thuỷ phân dầu sở như nhiệt độ, xúc tác, thời gian, tỷ lệ dầu/dịch. Và đã rút ra các thông số kỹ thuật tối ưu cho quá trình thuỷ phân dầu sở.

4. Nghiên cứu công nghệ thu hồi axit oleic từ bã thải trong quá trình tinh luyện dầu.

Khảo sát một số bã thải trong công nghiệp tinh luyện dầu và rút ra phần cặn xà phòng trong quá trình tinh luyện dầu mỡ là nguồn nguyên liệu chứa axit béo có thể tận dụng được. Từ đó đã tiến hành phân tích cặn xà phòng cho thấy thành phần dầu trung tính 22%; axit béo ở dạng xà phòng chiếm 25%.

Đã nghiên cứu và đưa ra công nghệ thu hồi axit béo từ phế thải cho hiệu suất thu hồi 92% chất lượng axit béo thu được tương đương với axit béo hiện nay đang sử dụng từ dầu lạc.

5. Nghiên cứu công nghệ thu hồi axit béo từ dầu gan cá ngừ, cá linh.

Công trình đã khảo sát phần phế thải trong công nghiệp đánh bắt và chế biến hải sản đặc biệt là phần gan cá ước tính riêng miền Trung lượng gan cá có tới hàng trăm tấn/năm. Cùng với việc khảo sát trữ lượng gan cá đã xác định thành phần của gan cá ngừ và cá linh có các gluxerit của các axit no và không no với mạch cacbon từ C_{14} - C_{24}

Đã nghiên cứu công nghệ tách axit béo từ dầu gan cá ngừ và cá linh, cho thấy hiệu suất đạt 85% đồng thời xác định một số đặc tính lý hoá của sản phẩm.

6. Nghiên cứu ứng dụng axit béo làm thuốc tập hợp tuyến nổi quặng Apatit.

Từ kết quả nghiên cứu tạo nguồn axit béo từ dầu sở công nghiệp, từ nguồn phế thải cặn xà phòng của nhà máy tinh luyện dầu thực vật và từ nguồn phế thải ngành chế biến thuỷ hải sản dầu gan cá ngừ và cá linh, đề tài đã sử dụng nguồn nguyên liệu này thay thế thuốc tuyến quặng Apatit tạo ra sản phẩm thuốc tập hợp VH-2000 đồng thời thử tuyến trên dây chuyền pilot và đưa vào sản xuất công nghiệp.

Các kết quả thí nghiệm tuyển sơ bộ với mẫu thuốc tuyển chế xuất từ axit béo dầu sỡ cho kết luận có thể thay thế hoàn toàn dầu lạc, đặc biệt so sánh với thuốc MD-20245 của Thụy Điển cho thấy quặng thải còn chứa hàm lượng P_2O_5 thấp hơn hẳn.

Kết quả thí nghiệm tuyển sơ bộ với mẫu thuốc tuyển chế xuất từ axit béo dầu cá đạt kết quả rất khả quan, đặc biệt là hàm lượng P_2O_5 trong quặng thải thấp hơn so với thuốc tuyển làm từ dầu lạc và dầu sỡ, còn so với thuốc MD-20245 của Thụy Điển thì hàm lượng P_2O_5 trong quặng thải thấp hơn tới 2%.

Tại PTN của Nhà máy tuyển các kết quả thử nghiệm tuyển vòng hở và vòng kín với mẫu thuốc VH-2000 cho kết quả rất tốt.

Với kết quả thử tại PTN, Viện cùng Nhà máy tiến thành thử nghiệm VH-2000 trên dây chuyền Pilot, kết quả thu được rất khả quan, không những quặng tinh và quặng thải có hàm lượng P_2O_5 đạt theo yêu cầu mà trong quá trình tuyển việc vận hành công nghệ đảm bảo dễ dàng, bột dòn, dễ vỡ, tính tập hợp và tuyển chọn cao hơn so với thuốc MD-20245 của Thụy điển.

Từ kết quả Pilot, công ty Apatit Lào cai đã quyết định đưa thuốc tập hợp VH-2000 vào sản xuất thử công nghiệp, kết quả cho thấy:

- Thuốc VH-2000 có tính tập hợp và chọn lọc cao.
- Ít bột, bột dòn, dễ vỡ, đáp ứng công nghệ tuyển của nhà máy khi nâng công suất tuyển lên như thiết kế.
- Hàm lượng P_2O_5 trong quặng thải thấp hơn so với thuốc tuyển MD-20245 của Thụy Điển từ 1,2-1,3%, làm cho thực thu P_2O_5 và thu hoạch của nhà máy tăng 5-6%.
- Thuốc tuyển VH-2000 có biên độ điều chế rộng trong quá trình tuyển, vì vậy dễ thích nghi khi quặng đầu vào thay đổi.
- Hiện nay, theo đánh giá của Nhà máy, thuốc tập hợp VH-2000 đạt hiệu quả nhất so với các loại thuốc tuyển khác như DPO-93 hoặc MD-20245 của Thụy Điển. (phụ lục 1: Báo cáo của nhà máy tuyển)

(Xem chi tiết phần nghiên cứu công nghệ sản xuất axit béo ở phụ lục 4 - Tuyển tập Báo cáo tổng kết công nghệ sản xuất thuốc tuyển quặng Apatit loại III Lào Cai của Viện Hoá học Công Nghiệp)

Từ kết quả nghiên cứu trên, chúng tôi đã tiếp tục nghiên cứu hoàn thiện công nghệ tách axit béo từ dầu gan cá Ngừ và cá Linh

trên dây chuyền sản xuất pilot với thiết bị 3 m³ /mẻ tại xưởng thực nghiệm Cầu Diễn. Với công nghệ này hiện nay đảm bảo cho sản xuất ổn định quy mô công nghiệp (Xem chi tiết thêm trong báo cáo tổng kết “ tuyển tập công trình nghiên cứu...năm 2001 Viện Hoá học Công Nghiệp “)

Đặc biệt chúng tôi nghiên cứu thành công, chọn lựa tỷ lệ thích hợp axit béo tách từ dầu gan cá để sản xuất thuốc tuyển (Kết quả này xin phép cho Viện chúng tôi được bảo mật chưa công bố cho tới khi được đăng ký độc quyền).

2. Nghiên cứu xây dựng chỉ tiêu chất lượng của Thuốc tuyển quặng Apatit loại III Lào Cai- Loại thuốc tập hợp VH- 2000.

2.1. Các phương pháp phân tích sản phẩm.

Chúng tôi đã áp dụng một số phương pháp phân tích sản phẩm : Xác định chỉ số axit, chỉ số xà phòng hóa, chỉ số Iôt, phương pháp sắc ký.(Xem chi tiết báo cáo tổng kết công trình nghiên cứu công nghệ sản xuất thuốc tuyển năm 2001 của Viện Hoá học Công Nghiệp).

2.2. Chất lượng thuốc tập hợp VH- 2000.

Từ kết quả nghiên cứu của đề tài KC-06-01 về sản xuất thử nghiệm trên dây chuyền pilot công suất 120 tấn/năm để tạo ra thuốc tập hợp hữu cơ dùng để tuyển nổi quặng Apatit loại III Lào Cai ký hiệu là: DPO-93 có các chỉ tiêu chất lượng như sau:

- Dạng lỏng đặc sánh màu nâu sẫm (mùa hè) và đặc cứng (mùa đông)
- Chỉ số axit: > 180
- Chỉ số Iôt : > 180
- Chất không xà phòng hoá: < 1

Chúng tôi đã tiến hành nghiên cứu và tạo ra thuốc tập hợp hữu cơ mới, ký hiệu VH- 2000, với các chỉ tiêu như sau:

- Dạng lỏng đặc sánh màu nâu sẫm (mùa hè) và đặc cứng (mùa đông)
- Chỉ số axit: 100-110
- Chỉ số Iôt : 45-50
- Chất không xà phòng hoá: < 3

3. Nghiên cứu phụ gia thích hợp cho thuốc tuyển và tuyển thử trong phòng thí nghiệm và sản xuất công nghiệp.

Như chúng tôi đã trình bày các kết quả nghiên cứu công nghệ sản xuất thuốc tập hợp hữu cơ dùng để tuyển nổi quặng Apatit, ngoài thành phần cơ bản là axit béo có mạch cacbon từ C_{17} đến C_{20} , để đảm bảo tính chọn lọc, tính tập hợp, tính tạo bọt...cho công nghệ tuyển quặng thì trong thành phần của nó còn một số phụ gia khác nhau. Do vậy, việc nghiên cứu chọn lựa phụ gia thích hợp cho thuốc tuyển là hết sức cần thiết.

Thuốc tập hợp hữu cơ DPO-93 mới chỉ đảm bảo như một thành phần cơ bản, khi đưa vào sản xuất đã bộc lộ yếu điểm, đó là tính tập hợp, tính chọn lọc kém (hàm lượng P_2O_5 trong quặng thải cao : 8,5%), bọt dai...do đó không thể áp dụng vào tuyển công nghiệp được.

Để khắc phục tình trạng này, chúng tôi đã nghiên cứu đưa thêm phụ gia để ổn định bọt và làm tăng tốc độ phá vỡ bọt. Chúng tôi đã chọn lựa hai phương pháp:

1. Tăng mức độ khoáng hoá bề mặt bóng khí, điều này liên quan đến việc lựa chọn phụ gia để nâng cao tính tập hợp của thuốc tuyển, làm cho các hạt khoáng bám nhiều trên bề mặt bóng khí, làm tăng tốc độ phá vỡ bọt.
2. Lựa chọn phụ gia là chất hoạt động bề mặt có tính hoạt động bề mặt mạnh hơn, gây ít bọt hơn, tạo lớp huyền phù kém bền vững trên bề mặt phân chia pha nước-không khí, các chất hữu cơ này tác động theo cơ chế trải rộng, các phân tử của chúng di chuyển về phía bề mặt của màng bọt để thay thế các phân tử của các chất hoạt động bề mặt có sức căng bề mặt lớn hơn, làm giảm độ nhớt giao diện và kết quả làm cho bọt dễ vỡ hơn.

Để tăng tính tập hợp, chúng tôi đã nghiên cứu làm giảm thiểu khả năng kết tụ của hạt khoáng vật, tăng tính kỵ nước của bề mặt hạt khoáng vật đến một giới hạn tối ưu nhất, có nghĩa là phải đảm bảo cho bề mặt hạt khoáng vật phải còn mang tính ái nước ở mức độ sao cho có thể ngăn cản sự kết tụ quá lớn của các hạt khoáng vật.

Để tăng tính chọn lọc của quá trình tuyển nổi chúng tôi đã nghiên cứu chọn phụ gia có khả năng điều chỉnh tác dụng của thuốc tập hợp là các hạt khoáng vật khác nhau. Do sự có mặt của phụ gia mà thuốc tập hợp chỉ tác dụng và làm kỵ nước những hạt khoáng vật nào cần đưa vào sản phẩm bọt và ái nước những hạt khoáng vật cần loại bỏ.

Trên cơ sở đó chúng tôi đã nghiên cứu được phụ gia thích hợp và đã tiến hành nghiên cứu đưa vào tổng hợp với các tỷ lệ khác nhau tạo ra thuốc tập hợp VH-2000.

Trong khuôn khổ của việc bảo vệ bí mật công nghệ chúng tôi xin phép được trình bày chi tiết hơn vào các báo cáo sau này (khi đã đăng ký bản quyền sở hữu)

Từ kết quả nghiên cứu công nghệ oxy hoá parafin đặc biệt là tìm ra được mẫu parafin thích hợp M₅, tìm được tỷ lệ thích hợp axit béo có trong tập hợp thuốc tuyển (axit béo từ parafin, từ dầu thực vật, từ dầu cá ...) và đặc biệt tổ hợp phụ gia đã tạo ra sản phẩm VH-2000.

3.1.Kết quả tuyển thử thuốc tuyển VH-2000

a. Kết quả thí nghiệm tuyển vòng hở và vòng kín VH-2000 tại phòng thí nghiệm của Nhà máy tuyển -Công ty Apatit Lao Cai.

Bảng 8.

STT	%P ₂ O ₅ quặng tuyển	%P ₂ O ₅ quặng tinh	%P ₂ O ₅ quặng thải	% thu hoạch	% thực thu	Điều kiện TN
1	17,59	28,89	7,59	46,95	77,11	Na ₂ SiO ₃ =800g/T Na ₂ CO ₃ =200g/T VH-200 =300g/T (vòng hở)
2	17,59	29,11	7,78	45,99	76,11	
3	17,59	29,06	7,71	46,28	76,45	
4	17,59	29,10	7,77	46,04	76,16	
5	17,59	29,11	7,76	46,05	76,21	
TBinh	17,59	29,05	7,72	46,26	76,41	
	17,59	33,24	6,25	36,99	75,76	Tuyển vòng kín

b. Kết quả thử nghiệm thuốc tuyển VH-2000 trên dây chuyền Pilot tại nhà máy tuyển quặng Apatit Lào cai

1. Một số chỉ tiêu công nghệ thực hiện

- Năng xuất tính theo quặng 3 (18% H₂O) 1000kg/giờ
- Nồng độ bùn phân cấp lấy theo thành kế 25-26%
- Phân cấp hạt - 0.074mm 85-90%
- Nồng độ vào tuyển 35-40%
- Chế độ cào thuốc tuyển xuất phát:

VH-2000	400 g/tấn quặng 3
tuyển chính	30%
Tiếp xúc	60%
Tuyển vét	10%
Na_2SiO_3	600g/ tấn quặng 3
Na_2CO_3	200g/ tấn quặng 3

2. Chế độ pha thuốc tuyển

VH-2000	dung dịch 0,5%
Na_2SiO_3	dung dịch 2%
Na_2CO_3	dung dịch 1%

Bảng 9.

<i>iTT</i>	% P_2O_5 quặng tuyển	% P_2O_5 quặng tinh	% P_2O_5 quặng thải	% thu hoạch	% thực thu
1	14,91	31,70	6,87	32,78	68,84
2	14,81	33,62	7,52	27,93	63,41
3	14,91	32,21	7,86	28,95	62,45
4	15,72	33,13	7,14	33,01	69,57
5	15,12	31,96	6,48	33,91	71,68
6	14,61	32,62	6,53	30,97	69,15
7	14,68	32,74	6,73	30,57	68,17
8	14,21	32,40	6,31	30,28	69,04
TBinh	14,87	32,55	6,93	31,00	67,80

Kết quả ở bảng 9 cho thấy thuốc tập hợp VH-2000 thử tuyển trên dây chuyền Pilot của nhà máy là khả quan, không những quặng tinh và quặng thải có hàm lượng P_2O_5 đạt theo yêu cầu mà trong quá trình tuyển việc vận hành công nghệ đảm bảo dễ dàng, bột dòn, dễ vỡ, tính tập hợp và tính chọn lọc của thuốc cao hơn so với thuốc MD-20245 của Thụy điển.

Từ kết quả khảo quan này, công ty Apatit Lào cai đã quyết định đưa thuốc tập hợp VH-2000 vào sản xuất thử công nghiệp, kết quả như sau:

Bảng 10.

Ngày	%P ₂ O ₅ quặng tuyển	%P ₂ O ₅ quặng rinh	%P ₂ O ₅ quặng thải	% thu hoạch	% thực thu
1	17,46	33,05	5,91	42,56	80,56
	16,28	33,48	5,97	38,00	78,14
	17,37	33,20	5,35	43,16	82,49
TBinh	17,04	33,24	5,67	41,24	80,40
2	16,48	33,67	5,72	38,50	78,65
	16,57	33,88	5,43	39,16	80,06
	16,08	34,50	5,28	36,96	79,30
TBinh	16,38	34,02	5,48	38,20	79,34
3	16,87	34,15	6,51	37,48	75,87
	16,97	34,42	5,47	39,72	80,57
	15,77	33,17	5,03	38,17	80,28
TBinh	16,54	33,91	5,67	38,46	78,91
4	17,28	33,05	5,18	43,42	83,04
	16,97	33,20	5,65	41,09	80,39
	15,67	34,41	5,43	35,33	77,59
TBinh	16,64	33,55	5,42	39,95	80,34
5	16,37	34,51	5,36	37,77	79,62
	16,67	33,66	5,26	40,18	81,12
	17,08	33,14	5,01	42,91	83,25
TBinh	16,71	33,77	5,21	40,28	81,33
6	16,97	31,56	4,63	45,82	85,22
	15,97	34,30	5,08	37,27	80,05
	16,77	34,44	5,29	39,38	80,88
TBinh	16,57	33,55	5,00	40,82	82,05

7	16,97	33,13	4,79	42,98	83,90	<i>mất điệt</i>
	17,00	35,57	5,20	38,85	80,30	
	15,98	34,11	6,01	35,48	75,73	
TBình	16,65	34,27	5,33	39,10	80,31	
8	16,97	33,85	54263	40,96	81,70	
	16,78	33,92	5,05	40,63	82,13	
	16,98	34,94	4,46	419088	84,52	
TBình	16,91	34,24	45920	40,89	82,78	
9	16,77	33,42	4,94	41,54	82,78	
	16,27	33,82	5,35	38,36	79,73	
	16,07	34,51	4,94	37,64	80,83	
TBình	16,37	33,92	5,80	39,18	81,11	
10	16,67	33,40	5,45	40,14	80,43	
	16,38	34,46	4,81	39,02	82,09	
	17,17	33,92	4,82	42,44	83,84	
TBình	16,74	33,93	5,03	40,53	82,12	
11	16,67	34,05	5,43	39,27	80,22	
	16,57	35,20	5,06	38,19	81,12	
	17,17	34,33	5,49	40,50	80,98	
TBình	16,57	34,53	5,33	39,32	80,77	
12	16,77	33,20	4,34	43,07	85,27	
	16,08	33,26	4,74	39,76	82,24	
	16,47	32,68	4,97	41,50	82,35	
TBình	16,44	33,05	4,68	41,44	83,29	
Tbình cả 12 ngày	16,65	33,82	5,23	39,95	81,06	

Kết quả sử dụng thuốc tập hợp VH-2000 trên dây chuyền sản xuất công nghiệp cho thấy:

- Thuốc tuyển VH-2000 có tính tập hợp và chọn lọc cao
- Ít bọt, bọt dòn, dễ vỡ, đáp ứng được công nghệ tuyển của nhà máy khi nâng công suất tuyển lên như thiết kế.
- Hàm lượng P_2O_5 trong quặng thải thấp hơn so với thuốc tuyển MD-20245 của Thụy điển từ 1,2-1,3% làm cho thực thu P_2O_5 và thu hoạch của nhà máy tuyển tăng lên 5-6%.
- Thuốc tập hợp tuyển VH-2000 có biên độ điều chỉnh rộng trong quá trình tuyển vì vậy dễ thích nghi khi quặng đầu vào thay đổi.
- Hiện nay theo đánh giá của nhà máy, thuốc tập hợp tuyển VH-2000 đạt hiệu quả nhất so với các loại thuốc tuyển khác như DPO-93, cũng như MD-20245 của Thụy điển. (Phụ lục 2 - Báo cáo của nhà máy tuyển)

2. So sánh kết quả sản xuất công nghiệp VH-2000 và MD-20370

(Tham khảo phụ lục 3)

Như chúng tôi đã trình bày, Thụy Điển tiếp tục cải tiến và đưa ra loại thuốc tuyển mới ký hiệu MD-20370 được đánh giá là có tính tập hợp và chọn lọc cao hơn.

Từ tháng 9/2002, Viện Hoá học Công Nghiệp cùng nhà máy tuyển - Công ty Apatit đưa vào sản xuất thử, kết quả đánh giá chất lượng thuốc tập hợp VH-2000 và MD-20370 theo bảng sau:

**Bảng so sánh chỉ tiêu công nghệ các đợt sản xuất thử thuốc tuyến
MD-20370 và VH-2000.**

Bảng 11

S T T	Thời gian tuyến	Loại thuốc tuyến	Các chỉ tiêu công nghệ				
			%P ₂ O ₅ quặng tuyến	%P ₂ O ₅ quặng tinh	%P ₂ O ₅ quặng thải	% Thu hoạch	% Thực thu
1	26.09.02	MD20370	16,82	33,15	5,41	37,00	72,95
2	27.09.02	-nt-	17,22	33,60	4,86	38,70	75,51
3	28.09.02	-nt-	17,41	33,85	5,75	37,34	72,59
4	29.09.02	-nt-	16,65	33,20	5,50	36,23	72,24
5	30.09.02	-nt-	15,48	33,56	5,44	32,13	69,66
6	01.10.02	-nt-	15,02	32,81	5,38	31,63	69,09
7	02.10.02	-nt-	15,33	32,33	5,04	34,49	71,80
8	03.10.02	-nt-	15,19	32,57	4,77	33,73	73,12
9	04.10.02	-nt-	16,22	32,63	4,59	37,33	75,09
	TBinh		16,15	33,08	5,19	35,40	72,45
10	05.10.02	60%VH2000 + 40%MD20370	16,13	32,77	4,78	36,50	74,15
11	06.10.02	-nt-	16,65	33,55	4,96	36,80	74,14
12	07.10.02	-nt-	16,95	33,81	5,50	36,40	72,60
13	08.10.02	-nt-	16,72	33,05	5,32	37,00	73,13
14	09.10.02	-nt-	17,30	32,68	4,61	40,65	76,83
15	10.10.02	-nt-	17,05	32,52	4,04	41,11	78,41
16	11.10.02	-nt-	16,86	33,96	3,93	38,75	78,05
	TBinh		16,81	33,33	4,73	38,17	75,33
17	12.10.02	70%VH2000+30%MD20370	17,10	31,97	4,17	41,85	78,24
18	13.10.02	-nt-	17,67	32,80	5,00	41,00	76,10
19	14.10.02	-nt-	18,30	34,28	5,78	39,53	74,04
20	15.10.02	-nt-	17,75	33,16	5,74	39,42	73,64
21	16.10.02	-nt-	17,56	33,43	4,77	40,60	76,45
22	17.10.02	-nt-	16,84	33,10	4,73	38,41	76,00
23	18.10.02	-nt-	16,82	34,03	5,19	37,59	73,81
24	19.10.02	-nt-	16,76	34,47	5,91	32,61	69,13
25	20.10.02	-nt-	16,81	33,55	4,90	37,41	74,66
26	21.10.02	-nt-	15,69	32,37	3,55	37,91	78,21
27	22.10.02	-nt-	16,93	32,74	3,98	38,90	77,61
28	23.10.02	-nt-	15,90	33,04	4,37	36,18	75,20
29	24.10.02	-nt-	16,34	33,23	4,85	36,43	74,08
30	25.10.02	-nt-	16,00	33,25	5,47	34,11	70,88
31	27.10.02	-nt-	16,64	33,14	4,90	37,41	74,50
32	28.10.02	-nt-	15,81	33,04	4,17	36,29	75,84
33	29.10.02	-nt-	15,83	33,34	4,69	35,00	73,71
34	30.10.02	-nt-	16,00	33,65	4,15	36,15	76,03
35	31.10.02	-nt-	15,70	33,89	4,76	33,80	72,96
	TBinh		16,66	33,29	4,79	34,70	74,79

Từ kết quả sản xuất công nghiệp trên, nhà máy tuyển đánh giá: Kết quả khả quan nhất, mang lại hiệu quả nhất cho sản xuất là dùng phối hợp 70% VH-2000 và 30% MD-20370

VII. TÍNH TOÁN HIỆU QUẢ KINH TẾ.

Theo báo cáo kết quả của Nhà máy tuyển quặng Apatit - Công ty Apatit Việt Nam (Phụ lục 3, trang số 1), cho thấy khi sử dụng Thuốc tuyển quặng VH -2000 phối trộn với thuốc của Thụy Điển MD-20370 (theo tỷ lệ 70% VH- 2000 và 30% MD-20370) không những mang lại hiệu quả tối ưu nhất cho công nghệ tuyển mà thu hoạch quặng tuyển cao hơn hẳn so với thuốc Thụy Điển từ 4-5%

Nếu chúng tôi lấy mức thấp nhất là 4% quặng tinh thu hoạch thì một năm nếu chạy 100% công suất của nhà máy là 1.000.000 tấn quặng tinh/năm, thì thu hoạch quặng tinh tăng lên, tương ứng với :

$1.000.000 \text{ T/năm} \times 4\% \times 4.000.000 \text{ đ/tấn quặng tinh} = 16.000.000.000 \text{ đ/năm}$ (16 tỷ đồng /năm)

Như vậy, kết quả nghiên cứu của đề tài không những có ý nghĩa về mặt kinh tế xã hội, mà còn mang lại lợi nhuận đáng kể cho cơ sở sản xuất và thay thế hoàn toàn hàng ngoại nhập.

VI. KẾT LUẬN VÀ KIẾN NGHỊ

1. Đề tài đã nghiên cứu hoàn thiện công nghệ oxyhoá parafin trên dây chuyền sản xuất công nghiệp ổn định, đã chọn được chủng loại parafin thích hợp nhất, đó là mẫu M₅. Đã hoàn thiện công nghệ sản xuất axit béo từ dầu thực vật và dầu gan cá, ổn định trên hệ thiết bị 3m³ và đã tạo ra được trên 200 tấn thuốc tuyển ổn định;
2. Đã nghiên cứu tìm ra loại phụ gia thích hợp cho thuốc tuyển, khắc phục được nhược điểm của loại thuốc tuyển cũ, đó là bột dai, tính khả tuyển kém , tính chọn lọc và tính tập hợp chưa cao.
3. Nghiên cứu tạo ra thuốc tập hợp VH-2000 đưa vào sản xuất công nghiệp và thay thế được 43,5% thuốc nhập ngoại trong năm 2001 và 70% năm 2002 (mục tiêu là thay thế 40% thuốc tuyển ngoại trong năm 2001, và 60% trong năm 2002)

4. Đã xây dựng được các chỉ tiêu cơ bản cho thuốc tuyển VH-2000 đặc biệt chỉ số axit >100, chỉ số Iôt 40-50 và chất không xà phòng hoá < 3 góp phần quan trọng nâng cao chất lượng thuốc tuyển và giảm giá thành sản phẩm.
5. **Kiến nghị**: Đây là một công trình nghiên cứu khoa học có ý nghĩa về mặt kinh tế và xã hội mang lại lợi ích quốc gia, tuy nhiên hiện nay các nước như Thụy Điển, Mỹ, Anh và Hàn Quốc vẫn tiếp tục nghiên cứu nhằm tạo ra thuốc tập hợp ưu việt hơn để cạnh tranh với thuốc VH- 2000. Trong khi đó hiện nay chúng ta chưa xây dựng được nhà máy, chưa tổ chức sản xuất ổn định, do đó chưa có kinh phí nghiên cứu phát triển nhằm tiếp tục nâng cao chất lượng thuốc tuyển nội. Vì vậy, để bảo vệ được kết quả nghiên cứu khoa học, cũng như để cạnh tranh được với thuốc tuyển nước ngoài, việc tiếp tục nghiên cứu nhằm nâng cao chất lượng và giảm giá thành thuốc tuyển là hết sức cần thiết. Chúng tôi đề nghị Bộ Công nghiệp tiếp tục hỗ trợ kinh phí nghiên cứu hoàn thiện công nghệ sản xuất thuốc tuyển cho tới năm 2005.

PHẦN PHỤ LỤC

PHỤ LỤC 1

KẾT QUẢ THÍ NGHIỆM TUYỂN SƠ BỘ VÒNG HỒ

TT	Sản phẩm	Thu hoạch (%)	Hàm lượng P_2O_5 (%)	Thể tích bột (ml)	Chế độ pha thuốc
1	Quặng tinh Quặng thải Cộng	49,24 50,76 100	26,75 7,03 16,74	500	Na_2SiO_3 = 800 g/T Na_2CO_3 = 200 g/T VH_{2K_2} = 300 g/T
2	Quặng tinh Quặng thải Cộng	40,35 59,65 100	27,25 8,24 15,91	450	Na_2SiO_3 = 800 g/T Na_2CO_3 = 200 g/T MD_{20245} = 400 g/T
3	Quặng tinh Quặng thải Cộng	52,43 47,57 100	25,12 6,36 15,91	1500	Na_2SiO_3 = 800 g/T Na_2CO_3 = 200 g/T $DPO-93$ = 400 g/T

KẾT QUẢ THỬ NGHIỆM VÒNG KÍN TRONG PHÒNG THÍ NGHIỆM

THÔNG SỐ THỬ NGHIỆM		VH _{2K2}	VH ₂₀₀₀	MD ₂₀₂₄₅	VH ₂₀₀₀ + MD ₂₀₂₄₅ tỷ lệ 50/50
Chi phí thuốc tuyển	Na ₂ SiO ₃ (g/tấn)	800	600	600	600
	Na ₂ CO ₃ (g/tấn)	150	200	200	200
	Thuốc tập hợp	230	350	350	350
Kết quả thử nghiệm	Hàm lượng P ₂ O ₅ quặng dầu (%)	15,63	16,23	16,29	16,26
	Hàm lượng P ₂ O ₅ quặng tinh (%)	32,82	33,24	34,48	33,25
	Hàm lượng P ₂ O ₅ quặng thải (%)	6,8	6,25	6,32	5,98
	Thu hoạch quặng tinh (%)	33,94	36,99	34,48	37,69
	Thực thu P ₂ O ₅ quặng tinh (%)	71,26	75,76	73,76	77,07

**TÓM TẮT KẾT QUẢ SỬ DỤNG THUỐC TUYẾN
VH_{2K2} PHỐI TRỘN VỚI MD₂₀₂₄₅ TRÊN DÂY CHUYỂN CÔNG NGHIỆP
THEO CÁC TỶ LỆ TỪ 20 - 50 %**

Tỷ lệ trộn VH _{2K2} /MD ₂₀₂₄₅	Số ca chạy	Hàm lượng quặng đầu (% P ₂ O ₅)	Hàm lượng quặng tinh (% P ₂ O ₅)	Hàm lượng quặng thải (% P ₂ O ₅)	Chi phí thuốc tuyến (g/tấn)
20/80	11	15,56	33,66	5,61	419
30/70	7	14,58	32,76	4,38	379
40/60	6	14,97	32,66	5,15	334
0/100	11	14,87	33,72	6,35	464
50/50	50	14,84	33,47	5,88	335
30/70	4	15,46	33,18	6,52	360

KẾT QUẢ TUYỂN THÁNG 01 - 2001

Ngày	Hàm lượng quặng III (% P_2O_5)	Hàm lượng quặng thải (% P_2O_5)	Hàm lượng quặng tinh (% P_2O_5)
	$VH_{2K2}/MD_{20245} =$ 20-30/80-70		
1	14,65	6,78	32,47
2	14,65	6,48	33,07
3	14,03	4,33	32,26
4	13,22	4,19	33,14
5	13,89	4,54	33,99
6	14,10	4,55	33,57
7	14,76	4,38	33,32
8	14,56	4,65	32,90
9	15,05	4,81	33,38
10	14,57	4,57	32,68
11	14,06	4,74	33,89
12	13,47	4,88	33,16
13	13,87	5,04	33,63
14	14,14	4,95	32,91
15	15,05	5,24	33,32
16	14,92	5,31	33,44
17	14,14	4,78	33,72
18	14,27	4,72	33,23
19	14,65	4,82	33,92
20	14,18	4,93	34,08
$MD_{20245} = 100\%$			
21	14,81	4,79	32,83
22	14,64	4,94	33,22
23	14,55	5,49	33,55
24	14,14	6,29	33,44
25	13,87	7,25	33,38
26	14,37	7,93	33,90
27	14,58	6,62	33,02
28	14,67	6,48	32,94
	$VH_{2K2}/MD_{20245} =$ 20-30/80-70		
29	14,21	5,61	32,55
30	14,24	4,64	32,90
31	14,41	4,44	32,63
TB	14,36	5,26	33,24

BÁO CÁO KẾT QUẢ THỬ NGHIỆM
THUỐC TUYẾN VH-2000
TRÊN DÂY CHUYỀN PILOT
TẠI NHÀ MÁY TUYẾN QUẶNG
APATIT LÀO CAI

A- CÁC THÔNG SỐ CÔNG NGHỆ CHẠY THỬ

I-MỘT SỐ CHỈ TIÊU CÔNG NGHỆ THỰC HIỆN.

- Năng suất tính theo quặng 3 (18% H ₂ O):	1000kg/giờ
- Nồng độ bùn tràn phân cấp lấy theo thiết kế:	25÷26%
- Phân cấp hạt —0.074mm :	85÷90%
- Nồng độ đưa vào tuyến:	35÷40%
- Chế độ cấp thuốc tuyến xuất phát:	
- VH-2000:	400g/tấn quặng 3
- Tiếp xúc	60%
- Tuyến chính	30%
- Tuyến vét	10%
- Na ₂ SiO ₃ :	600g/tấn quặng 3
- Na ₂ CO ₃ :	200g/tấn quặng 3

II-CHẾ ĐỘ PHA THUỐC TUYẾN

- VH-2000:	dung dịch 0.5%
- Na ₂ SiO ₃ :	dung dịch 2 %
- Na ₂ CO ₃ :	dung dịch 1 %

KẾT QUẢ CHẠY THỬ NGHIỆM PILOT VỚI THUỐC VH₂₀₀₀

Ngày	Q vào (kg)	Q.tinh (%P ₂ O ₅)	Q.đuôi (%P ₂ O ₅)	Chi phí
06/1	1098	33.32	10.15	VH-2000 400g/t Na ₂ SiO ₃ : 600g/t Na ₂ CO ₃ : 200g/t
07/1	1000	31.17	7.47	VH-2000 400g/t Na ₂ SiO ₃ : 600g/t Na ₂ CO ₃ : 200g/t
08/1	1000	31.70	6.87	VH-2000 400g/t Na ₂ SiO ₃ : 600g/t Na ₂ CO ₃ : 200g/t
09/1	1220	33.62	7.52	VH-2000 360g/t Na ₂ SiO ₃ : 600g/t Na ₂ CO ₃ : 150g/t
10/1	1060	32.21	7.86	VH-2000 400g/t Na ₂ SiO ₃ : 650g/t Na ₂ CO ₃ : 150g/t
11/1	1000	33.13	7.14	VH-2000 450g/t Na ₂ SiO ₃ : 650g/t Na ₂ CO ₃ : 150g/t
12/1	1000	31.96	6.46	VH-2000 430g/t Na ₂ SiO ₃ : 650g/t Na ₂ CO ₃ : 150g/t
13/1	1200	32.62	6.53	VH-2000 430g/t Na ₂ SiO ₃ : 650g/t Na ₂ CO ₃ : 150g/t
14/1	1100	32.74	6.73	VH-2000 430g/t Na ₂ SiO ₃ : 650g/t Na ₂ CO ₃ : 150g/t
15/1	1200	32.40	6.31	VH-2000 430g/t Na ₂ SiO ₃ : 650g/t Na ₂ CO ₃ : 150g/t
Chạy đối chứng MD				
16/1	1100	30.06	5.69	MD 450g/t Na ₂ SiO ₃ : 600g/t Na ₂ CO ₃ : 150g/t
17/1	1000	30.76	6.92	MD 370g/t Na ₂ SiO ₃ : 600g/t Na ₂ CO ₃ : 150g/t
				MD 350g/t

**NHỮNG THÔNG SỐ CÔNG NGHỆ TUYẾN NĂM 2000 ĐẠT ĐƯỢC
CÓ SỰ THAM GIA CỦA THUỐC TUYẾN NỘI**

	Tháng 1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	Cả năm
Thu hoạch $\gamma(\%)$	30,36	30,22	29,72	31,03	27,57	29,05	31,12	29,76	31,96	32,13	32,38	24,14	29,92
Thực thu $\epsilon(\%)$	64,78	58,56	60,55	62	54,55	64,59	62,94	59,87	68,4	67,5	66,35	53,15	61,80
Thuốc MD(kg)	24790	22570	24050	16650	21830	23310	25160	21090	25900	27010	27010	17677,5	273147
Thuốc nội (kg)	0	0	0	4050	1788	750	2260	5915	2235	3205	3774	10295	33493
Hàm lượng tinh quặng (% P_2O_5)	33,77	33,32	33,39	33,29	33,58	33,6	33,65	33,15	33,51	33,5	32,95	33,40	33,0
Hàm lượng quặng thải (% P_2O_5)	5,68	6,18	5,98	5,66	5,74	6,28	5,88	6,22	4,66	6,10	6,09	5,69	5,84
Hàm lượng quặng đầu (% P_2O_5)	16,34	17,29	17,01	16,15	16,16	15,54	16,86	16,96	16,48	15,9	16,08	15,17	16,02
Hàm ẩm (% H_2O)	22,09	22,78		23,15	23,6	22,95	22,39		22,11	22,4	21-22	21-22	
ρ_T	36,50	37,66	36,87	35,09	36,73	34,41				36,3			
ρ_N	16,17	17,37	16,47	15,46	18,42	15,81				16,06			
Số ngày chạy thuốc nội	0	0	0	16	9	3	11	7	10	12	20	27	114
Sản lượng tinh quặng (tấn)	2013,2	20308,6	21342,7	20023,6	20845,9	20468	21533	19824,8	21432,5	22786	23496	17276	244812
Tiêu hao Q/Q_{tinh}	3,29	3,3	3,364	3,23	3,626	3,41	3,21	3,36	3,23	3,11	3,09	4,14	3,25

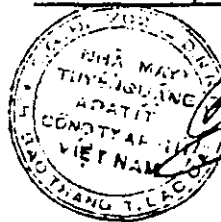
PHỤ LỤC 7

CÔNG TY APATIT VIỆT NAM
NHÀ MÁY TUYỀN

BÁO CÁO KẾT QUẢ
SẢN XUẤT THỦ CÔNG NGHIỆP VỚI THUỐC TUYỀN VH - 2000
DO VIỆN HHCN SẢN XUẤT

Lào cai, ngày 22 tháng 10 năm 2001

GIÁM ĐỐC NHÀ MÁY



Nguyễn Quang Đức

I- PHÂN MÔ ĐẦU

Sau nhiều năm nghiên cứu, thử nghiệm và hiệu chỉnh từ quy mô phòng Thí nghiệm, bán công nghiệp và công nghiệp với nhiều thể hệ thuốc tập hợp tuyển nổi quặng Apatit loại 3 Lào cai. Tháng 2 năm 2001 viện HHCN tiếp tục đưa vào thử nghiệm ở quy mô bán công nghiệp (xưởng Pi lốt) một thể hệ thuốc tuyển mới (VH - 2000), quá trình thử nghiệm cho kết quả tốt. Căn cứ vào kết quả thử nghiệm ở quy mô xưởng Pi lốt, Nhà máy Tuyển lập phương án được Giám đốc công ty Apatit Việt nam duyệt ngày 11/9/2001 với mục tiêu là:

- Kháng định kết quả tuyển thử ở quy mô xưởng Pi lốt tháng 2/2001

- Xác định hiệu quả tuyển nổi, mức chi phí thuốc tuyển và các chỉ tiêu kinh tế, kỹ thuật khác (tính chất bột, khả năng lắng quặng tinh, mức độ ổn định...) từ đó so sánh hiệu quả sử dụng với thuốc tuyển MD-20245 và hỗn hợp thuốc tuyển 50% VII2K2 với 50% MD-20245.

- Kháng định khả năng nghiên cứu sản xuất thuốc tập hợp cho tuyển quặng Apatit loại 3 Lào cai của viện HHCN.

II- DIỄN BIẾN QUÁ TRÌNH SẢN XUẤT THỬ

1/ VỀ NGUYÊN LIỆU:

Trong 30 ngày sản xuất thử hàm lượng P_2O_5 (%) của quặng 3 vào tuyển cơ bản là ổn định (xem bảng phụ lục 1) và ở mức khá cao: TB: 16,43%.

- Hàm lượng cấp hạt mịn nguyên sinh không ổn định, những ngày cuối đợt sản xuất thử có chiều hướng giảm, nhưng nhìn chung là khá cao (xem biểu hiện của tỷ lệ cấp hạt - 0,04mm trong quặng tinh ở phụ lục 1).

- Tỷ lệ tăng sót ở bãi lưu đưa vào tuyển chiếm tỷ lệ: 6,42% tỷ lệ tăng sót tích ra khỏi quá trình chiếm tỷ lệ: 2,26%.

- Kết quả phân tích mẫu toàn phần của quặng 3 đưa vào tuyển (xem bảng 1) cho thấy tỷ lệ % các ô xít Al_2O_3 và Fe_2O_3 so với các lò quặng trước đó ở một vài mẫu khá cao (ngày 12 và 17/9) hàm lượng các loại ô xít khác tương đương. Tuy vậy các chỉ tiêu của các mẫu toàn phần ở các ngày khá ổn định.

BẢNG 1: KẾT QUẢ PHÂN TÍCH MẪU TOÀN PHẦN

NGÀY LẤY MẪU	CÁC CHỈ TIÊU (%)					
	P_2O_5	MgO	CaO	Al_2O_3	Fe_2O_3	SiO_2
12/9	14,08	1,75	16,93	6,59	3,36	42,48
17/9	17,25	1,20	19,65	6,61	3,28	46,62
19/9	17,30	1,70	19,63	4,77	3,23	48,66
23/9	15,62	1,65	18,30	5,73	3,24	49,96
28/9	16,52	1,67	19,47	5,63	3,44	49,63
3/10	17,10	1,17	20,23	5,05	3,75	47,21
10/10	16,85	1,37	19,71	5,34	3,60	48,63

2/ CÁC CHẾ ĐỘ CÔNG NGHỆ ĐÃ THỰC HIỆN

a) NĂNG SUẤT CẤP LIỆU VÀ CÁC CHỈ TIÊU HIỆU QUẢ QUẢN LÝ

- Năng suất quặng 3 cấp vào tuyển: trung bình: 2.796 tấn/ngày
- Nồng độ bùn vào tuyển trung bình: 38,04%
- Cấp hạt -0,074mm trong bùn quặng vào tuyển ngày thấp nhất 77,56%, ngày cao nhất là 84,72%, trung bình : 82,07%
- Hàm lượng P_2O_5 trong bùn quặng vào tuyển thấp nhất là 14,85% cao nhất là 17,46% trung bình là: 16,43%.
- Tỷ lệ tăng sót tách ra trong quá trình sản xuất: 2,26% tỷ lệ tăng sót đưa từ bãi vào quá trình sản xuất là: 6,24% như vậy tỷ lệ tăng sót vào tuyển đạt tỷ lệ 4,16%.

b) CHẾ ĐỘ THUỐC TUYỂN

Trong quá trình sản xuất chế độ thuốc tuyển thường xuyên được điều chỉnh trong phạm vi hẹp, nhằm ổn định về các chỉ tiêu về sản phẩm. Có 2 chế độ thuốc tuyển được phân biệt rõ ở đợt sản xuất thử này:

+ CHẾ ĐỘ 1

- Chi phí VH - 2000: 372g/ tấn quặng 3 vào
- Chi phí Na_2SiO_3 : 400 g/tấn quặng 3 vào
- Chi phí Na_2CO_3 : 270 g/tấn quặng 3 vào
- Chi phí $FeSO_4$: 162 g/ tấn quặng 3 vào

+ CHẾ ĐỘ 2

Chi phí không khác nhiều so với chế độ 1, chế độ thuốc tuyển này nhằm cải tạo tính chất bột ở khâu tuyển tinh (có kết hợp các thao tác vận hành)

- Chi phí VH - 2000: 372g/ TQ3 vào (không cấp vào điểm giữa TC 2)
- Chi phí Na_2SiO_3 : 340 g/tấn quặng 3 vào
- Chi phí Na_2CO_3 : 320 g/tấn quặng 3 vào
- Chi phí $FeSO_4$: 162 g/ tấn quặng 3 vào

c) THỜI GIAN SẢN XUẤT THỬ

Thời gian sản xuất thử tính từ ngày 13/9 đến hết ngày 12/10/2001 (30 ngày). Như vậy thời gian sản xuất thử đủ dài để có thể đánh giá hiệu quả khi sử dụng thuốc tuyển VH - 2000

III- KẾT QUẢ SẢN XUẤT THỬ VÀ NHẬN XÉT

1/ KẾT QUẢ SẢN XUẤT THỬ:

Kết quả sản xuất thử (xem ở phụ lục 1), ở 2 chế độ thuốc tuyển hiệu quả tuyển nổi xấp xỉ nhau. Tuy nhiên ở chế độ 2 tính chất bột, hiệu quả tuyển tinh, hàm lượng P_2O_5 của sản phẩm trung gian hợp lý hơn, chế độ công nghệ các chỉ tiêu sản phẩm ổn định hơn.

- Trong báo cáo có nêu kết quả sản xuất ở một số thời điểm với các loại thuốc tuyển MD, thuốc trộn 50%MD với 50% VH2K2 để làm cơ sở so sánh, đánh giá hiệu quả sử dụng thuốc tuyển VH - 2000.

2. NHẬN XÉT:

a) Nguyên liệu :

- Qua nhiều năm sản xuất cho thấy về tính chất cơ lý, hoá học và tính khả tuyển của quặng Apatit loại 3 không ổn định. Do đó hiệu quả sản xuất không những phụ thuộc vào chất lượng thuốc tuyển, chất lượng thiết bị, khả năng vận hành ... mà còn phụ thuộc vào tính khả tuyển của nguyên liệu (quặng 3).

- Quá trình sản xuất thử 30 ngày nhìn chung hàm lượng P_2O_5 của quặng 3 ít biến động, về tính khả tuyển khá ổn định và ở mức trung bình để tuyển, đảm bảo tính khách quan về nguyên liệu cho sản xuất thử.

- Về tỷ lệ tăng sót: Do 2 máy đập CMD - 147 (số 2 và số 3) sự có nhiều (đặc biệt là máy số 2) nên tỷ lệ tăng sót tách ra trong quá trình sản xuất nhiều hơn so với một số thời kỳ sản xuất trước đây (2,26%).

- Qua số liệu phân tích và lấy mẫu cho thấy tỷ lệ cấp hạt mịn trong quặng nguyên khai là khá cao. Do đó trong đợt sản xuất thử này hàm lượng cấp hạt -0,074mm trong bùn tuyển là khá cao (82,04%) thuận lợi cho quá trình tuyển nổi. Tuy nhiên làm ảnh hưởng xấu đến hiệu quả lọc quặng tinh.

b) Về thuốc tuyển

- 20 ngày đầu sản xuất thử đã thực hiện chế độ cấp thuốc tuyển theo phương án 1. Theo kết quả phân tích (xem bảng phụ lục số 3) thấy rằng ở chế độ thuốc tuyển này bột quặng tinh xấu, chất lượng quặng tinh không ổn định (chất lượng quặng tinh tuyển so với quặng tinh sau lọc chênh lệch nhau nhiều). Hàm lượng P_2O_5 của sản phẩm trung gian cao (xem phụ lục 4) các khâu tuyển tinh làm việc chưa đạt hiệu quả, có biểu hiện mất chọn lọc ở khâu tuyển tinh (xem kết quả phân tích bảng phụ lục số 4)

- 10 ngày cuối đợt sản xuất thử đã thực hiện chế độ cấp thuốc tuyển theo phương án 2 (xem kết quả phụ lục 2) với phương án cấp thuốc tuyển này bột quặng tinh đã được cải thiện đáng kể đảm bảo được yêu cầu sản xuất, chất lượng quặng tinh ổn định các giai đoạn tuyển tinh đã hoạt động hiệu quả trở lại hàm lượng P_2O_5 trong sản phẩm trung gian hợp lý (xem phụ lục 4)

- Thuốc tuyển VH - 2000 có tính tập hợp mạnh, tuy nhiên tính chọn lọc chưa đạt được ổn định cao, còn có biểu hiện mất chọn lọc ở khâu tuyển tinh.

- Về tính chất bột (kích thước, độ bền, thể tích...). Kích thước bột mịn, có biểu hiện màng, khá dòn, thể tích hợp lý với điều kiện ngâm máy. Có thể do một số biểu hiện trên nên làm bột khoáng hoá vỡ nhanh ở khâu tuyển tinh, hoặc di chuyển chậm lên bề mặt ngâm máy (do bột có kích thước nhỏ) làm giảm khả năng chọn lọc của khâu tuyển tinh. Vì vậy quá trình vận hành khâu tuyển tinh để ổn định chất lượng quặng tinh còn gặp khó khăn hơn so với thuốc tuyển MD của AKZONOBELL.

c) Hiệu quả sản xuất

- Đã tiến hành so sánh hiệu quả sản xuất thử thuốc tuyển VH - 2000 với các đợt sản xuất với 100% MD - 20245, thuốc trộn 50% MD với 50% VH2K2. Qua so sánh thấy hiệu quả tuyển nổi khi sử dụng VH - 2000 là khá cao. Nếu xét trong 1 tháng sản xuất thử kết

quả đạt bằng mức như khi sử dụng 100% MD - 20245 và thuốc trộn 50%MD với 50% VH2K2 (xem phụ lục số 1).

- Do ảnh hưởng của cấp hạt mịn trong quặng tinh (cấp hạt -0,04 trong quặng tinh trung bình trong 1 tháng sản xuất thứ là: 80,64) nên trong thời gian sản xuất thứ độ ẩm quặng lọc cao (trung bình là: 23,31). Nhưng qua kinh nghiệm nhiều năm sản xuất cho thấy độ ẩm quặng tinh lọc khi sử dụng VH - 2000 tương đương với khi sử dụng các loại thuốc tuyển khác).

IV- KẾT LUẬN VÀ ĐỀ NGHỊ

1/ KẾT LUẬN:

- Thuốc tuyển VH - 2000 có thể sử dụng độc lập để tuyển nổi quặng Apatít loại 3 Lào cải cho chất lượng quặng tinh đạt yêu cầu thương phẩm. Về hiệu quả tuyển nổi nếu dự báo lâu dài thì tương đương (ở giai đoạn sản xuất thử còn cao hơn) loại thuốc trộn 50% VH2K2 với 50% MD 20245 và xấp xỉ trên loại thuốc tuyển MD 20245 của Thụy Điển.

- Về chi phí thuốc tuyển VH - 2000 tương đương với thuốc tuyển MD-20245 của Thụy Điển và thuốc trộn 50%MD với 50% VH2K2.

- Về độ ổn định: Đạt yêu cầu sản xuất hiện nay của nhà máy tuy nhiên chưa đạt bằng thuốc tuyển MD- 20245 (đặc biệt về độ ổn định của chất lượng quặng và khả năng làm giàu chọn lọc ở khâu tuyển tinh).

- Về tính chất bột: Đạt được yêu cầu cho sản xuất ở thực tế công nghệ hiện nay. Tuy nhiên còn một số nhược điểm so với thuốc tuyển MD - 20245. Đặc biệt là cấu trúc bột.

2) ĐỀ NGHỊ:

- Những thời gian còn lại của năm 2001 và những tháng tiếp theo, tiếp tục cho sản xuất với thuốc tuyển VH - 2000 để khẳng định chính xác toàn diện hiệu quả sử dụng thuốc tuyển VH - 2000 của viện HHCN.

- Đề nghị Viện HHCN tiếp tục nghiên cứu hoàn thiện tính chất bột, độ ổn định, tính chọn lọc của thuốc tuyển VH - 2000 để nâng cao hiệu quả sản xuất khi sử dụng nó./.

KẾT QUẢ SẢN XUẤT VỚI THUỐC VPH- 2000
TỪ NGÀY 13/9 ĐẾN NGÀY 12/10 NĂM 2001

Phu lục số 1

Ngày	Bùn vào tuyển %			Sản phẩm %			Quặng lọc %			Năng xuất vào tuyển Tấn/ ngày	Thu hoạch γ	Thực thu ε
	% rắn	-0,074 mm	P ₂ O ₅	Q. tinh P ₂ O ₅	Quặng thải		P ₂ O ₅	-0,04 mm	H ₂ O			
13	37,70	82,28	14,85	33,28	4,80	16,83	32,24	86,54	26,23	3067	35,29	79,08
14	38,04	80,79	15,54	33,00	4,38	15,29	32,47	83,68	25,01	2513	38,99	82,81
15	38,62	79,50	16,14	33,31	5,41	16,29	32,78	80,75	25,46	2741	38,46	79,37
16	39,67	80,90	16,81	34,32	5,97	16,78	32,45	78,43	24,43	2811	38,24	78,06
17	37,66	83,83	17,46	33,54	5,57	15,41	32,64	76,39	23,22	2607	42,51	81,66
18	37,54	83,54	17,28	33,47	5,66	13,83	32,54	81,76	23,77	3250	41,78	80,93
19	39,33	82,35	16,65	33,60	5,14	15,00	32,35	79,04	23,61	2864	40,44	81,61
20	38,92	80,76	17,00	32,59	4,93	15,90	31,77	77,97	24,06	2171	43,64	83,65
21	37,29	84,72	16,36	32,18	5,23	14,87	31,52	79,66	24,24	3086	41,30	81,23
22	39,75	81,72	15,62	33,83	4,74	15,45	31,72	81,18	23,02	3004	37,40	81,00
23	37,82	78,89	16,00	34,34	5,01	15,41	33,49		23,86	2753	37,47	80,42
24	37,83	81,04	15,82	33,68	5,02	16,58	32,94		21,05	2539	37,68	80,23
25	38,17	86,79	15,79	33,24	4,57	15,91	32,29	78,30	22,40	2812	39,13	82,38
26	38,58	82,86	16,12	33,60	5,17	14,04	31,56	75,38	22,95	2940	38,52	80,28
27	40,33	82,32	16,45	34,49	5,67	13,81	31,91	82,23	22,87	1995	37,40	78,42
28	38,62	81,66	16,24	33,90	5,49	13,30	32,97	83,85	23,12	2713	37,84	78,99
29	39,79	83,66	16,52	33,76	5,70	15,21	32,58	80,96	22,88	2667	38,56	78,80
30	37,58	82,00	16,95	33,78	6,93	14,25	33,34	73,31	21,92	2966	37,32	74,37
1	38,12	77,56	17,20	33,27	5,66	13,54	32,97	76,20	22,84	3059	41,80	80,85
2	37,62	82,35	16,37	32,97	5,47	11,29	32,27	77,70	22,86	2494	39,64	79,83
3	36,37	83,45	16,53	33,89	5,67	10,25	33,10	80,43	23,10	2754	38,48	78,90
4	37,46	83,79	16,34	33,64	5,42	9,83	32,45	81,44	23,15	2747	38,70	79,67
5	36,79	83,04	16,70	33,77	5,21	10,62	33,05	75,31	21,51	3200	40,23	81,35
6	37,00	81,25	16,57	33,43	5,01	11,25	33,16	83,11	22,54	2956	40,68	82,06
7	37,93	79,84	16,31	34,26	5,32	10,51	32,80	78,19	22,58	2570	37,98	79,77
8	35,40	83,38	16,91	34,24	4,93	10,78	32,80	90,21	24,01	2389	40,87	82,70
9	38,25	81,49	16,37	33,94	5,12	12,79	33,48	83,39	23,37	3105	39,04	80,93
10	38,00	84,50	16,74	33,92	4,83	12,16	33,39	82,18	23,40	2906	40,94	82,90
11	36,95	81,27	16,80	34,53	5,34	10,37	34,38	86,52	23,51	3060	39,26	80,69
12	37,92	80,45	16,44	33,05	4,94	12,83	32,91	83,80	23,03	3133	40,91	82,24
TB	38,04	82,07	16,43	33,63	5,28	13,68	32,68	80,64	23,31	2795,73	39,34	80,52

KẾT QUẢ SẢN XUẤT VỚI THUỐC VH- 2000

TỪ NGÀY 3/10 ĐẾN NGÀY 12/10 NĂM 2001

Phụ lục số 2

Ngày	BÜN VÀO TUYẾN %			SẢN PHẨM %			QUANG LỘC %			Năng xuất vào tuyến Tấn/ ngày	Thu hoạch γ	Thực thu ε
	% rắn	-0,074 mm	P ₂ O ₅	Q. tính P ₂ O ₅	Quang thái		P ₂ O ₅	-0,04 mm	H ₂ O			
3	36,37	83,45	16,53	33,89	5,67	10,25	33,10	80,43	23,10	2754	38,48	78,90
4	37,46	83,79	16,34	33,64	5,42	9,83	32,45	81,44	23,15	2747	38,70	79,67
5	36,79	83,04	16,70	33,77	5,21	10,62	33,05	75,31	21,51	3200	40,23	81,35
6	37,00	81,25	16,57	33,43	5,01	11,25	33,16	83,11	22,54	2956	40,68	82,06
7	37,93	79,84	16,31	34,26	5,32	10,51	32,80	78,19	22,58	2570	37,98	79,77
8	35,40	83,38	16,91	34,24	4,93	10,78	32,80	90,21	24,01	2389	40,87	82,76
9	38,25	81,49	16,37	33,94	5,12	12,79	33,48	83,39	23,37	3105	39,04	80,93
10	38,00	84,50	16,74	33,92	4,83	12,16	33,39	82,18	23,40	2906	40,94	82,96
11	36,95	81,27	16,80	34,53	5,34	10,37	34,38	86,52	23,51	3060	39,26	80,69
12	37,92	80,45	16,44	33,05	4,94	12,83	32,91	83,80	23,03	3133	40,91	82,24
TB	37,21	82,25	16,57	33,87	5,18	11,14	33,15	82,46	23,02	2882,00	39,71	81,16

KẾT QUẢ SẢN XUẤT VỚI THUỐC VH- 2000

TỪ NGÀY 13/9 ĐẾN NGÀY 2/10 NĂM 2001

Phụ lục số 3

Ngày	BÙN VÀO TUYỀN %			SẢN PHẨM %			QUẢNG LỘC %			Năng xuất vào tuyến Tấn/ ngày	Thu hoạch γ	Thực thu ε
	% rắn	-0,074 mm	P ₂ O ₅	Q. tính P ₂ O ₅	Quảng thải		P ₂ O ₅	-0,04 mm	H ₂ O			
13	37,70	82,28	14,85	33,28	4,80	16,83	32,24	86,54	26,23	3067	35,29	79,08
14	38,04	80,79	15,54	33,00	4,38	15,29	32,47	83,68	25,01	2513	38,99	82,81
15	38,62	79,50	16,14	33,31	5,41	16,29	32,78	80,75	25,46	2741	38,46	79,37
16	39,67	80,90	16,81	34,32	5,97	16,78	32,45	78,43	24,43	2811	38,24	78,06
17	37,66	83,83	17,46	33,54	5,57	15,41	32,64	76,39	23,22	2607	42,51	81,66
18	37,54	83,54	17,28	33,47	5,66	13,83	32,54	81,76	23,77	3250	41,78	80,93
19	39,33	82,35	16,65	33,60	5,14	15,00	32,35	79,04	23,61	2864	40,44	81,61
20	38,92	80,76	17,00	32,59	4,93	15,90	31,77	77,97	24,06	2171	43,64	83,65
21	37,29	84,72	16,36	32,18	5,23	14,87	31,52	79,66	24,24	3086	41,30	81,23
22	39,75	81,72	15,62	33,83	4,74	15,45	31,72	81,18	23,02	3004	37,40	81,00
23	37,82	78,89	16,00	34,34	5,01	15,41	33,49		23,86	2753	37,47	80,42
24	37,83	81,04	15,82	33,68	5,02	16,58	32,94		21,05	2539	37,68	80,23
25	38,17	86,79	15,79	33,24	4,57	15,91	32,29	78,30	22,40	2812	39,13	82,38
26	38,58	82,86	16,12	33,60	5,17	14,04	31,56	75,38	22,95	2940	38,52	80,28
27	40,33	82,32	16,45	34,49	5,67	13,81	31,91	82,23	22,87	1995	37,40	78,42
28	38,62	81,66	16,24	33,90	5,49	13,30	32,97	83,85	23,12	2713	37,84	78,99
29	39,79	83,66	16,52	33,76	5,70	15,21	32,58	80,96	22,88	2667	38,56	78,80
30	37,58	82,00	16,95	33,78	6,93	14,25	33,34	73,31	21,92	2966	37,32	74,37
1	38,12	77,56	17,20	33,27	5,66	13,54	32,97	76,20	22,04	3059	41,80	80,85
2	37,62	82,35	16,37	32,97	5,47	11,29	32,27	77,70	22,86	2494	39,64	79,83
TB	38,45	81,98	16,36	33,51	5,33	14,95	32,44	79,63	23,45	2752,60	39,15	80,19

KẾT QUẢ PHÂN TÍCH KIỂM TRA MẪU P₂O₅

CỦA TRUNG GIAN 1- 2 - 3 VÀ BỘT TC . TT1 . TT2 VỚI THUỐC TUYẾN VH - 2000

Phụ lục số 4

S. PHẨM	T. GIAN	BỘT	BỘT	BỘT	GHI
% P ₂ O ₅	1+2+3	T. CHÍNH	T. TÍNH 1	T. TÍNH 2	CHÚ
Theo t.Kế	17,15	21,70	27,00	30,60	
Ngày 13/9	17,96				Chế độ thuốc thứ 1 Từ ngày 13/9 - 3/10
Ngày 14/9	19,71				
Ngày 15/9	22,15				
Ngày 16/9	24,05				
Ngày 17/9	22,37				
Ngày 18/9	22,76				
Ngày 19/9	21,16				
Ngày 20/9	17,75				
Ngày 21/9	21,1				
Ngày 22/9	21,1				
Ngày 23/9	24,05				
Ngày 24/9	21,27				
Ngày 25/9	19,35				
Ngày 26/9	19,63				
Ngày 27/9	21,46				
Ngày 28/9	21,05	30,94	32,02	33,33	
Ngày 29/9	20,49	30,56	33,05	33,79	
Ngày 30/9	23,55	30,07	32,25	33,4	
Ngày 1/10	18,78				Chế độ thuốc thứ 2 Từ ngày 3/10 - 12/10
Ngày 2/10	21,56				
Ngày 3/10	20,5				
Ngày 4/10	19,44	29,05	30,96	32,9	
Ngày 5/10	18,43				
Ngày 6/10	18,58	25,86	29,36	31,25	
Ngày 7/10	19,2	25,27	31,36	35,01	
Ngày 8/10	17,45	25,06	31,25	32,05	
Ngày 9/10	17,67	25,42	30,6	32,9	
Ngày 10/10	18,5	25,16	30,2	30,8	
Ngày 11/10	19,17	21,06	27,01	31,8	
Ngày 12/10	17,23	20,32	28,11	31,51	
T. Bình	20,26	26,25	30,56	32,61	

**BẢNG SO SÁNH CÁC CHỈ TIÊU CÔNG NGHỆ CỦA CÁC ĐỢT CHẠY THỬ
VÀ SẢN XUẤT VỚI MỘT SỐ LOẠI THUỐC TUYẾN**

Phụ lục số 4

STT	LOẠI THUỐC TUYẾN	THỜI GIAN	CÁC CHỈ TIÊU CÔNG NGHỆ				
			Quặng 3 % P_2O_5	Q tính % P_2O_5	Q thải % P_2O_5	Thu hoạch SP %	Thực thu % P_2O_5
1	Thuốc tuyến MD 20245	3/8 - 8/8 2001 SX	14,96	33,87	5,34	33,72	76,34
	Thuốc tuyến MD 20245	1/5 - 8/5 2000 SX	17,08	33,2	4,71	43,39	84,29
	Thuốc tuyến MD 20245	21/8 - 24/8 2001 SX	15,25	32,15	6,16	34,97	73,72
2	Thuốc tuyến XH 2000	12/2 - 22/2 2001 SX thu	16,37	33,34	5,15	39,78	80,95
3	Hỗn hợp MD và VH2K2 tỉ lệ 50/50	Cả tháng 7/2001 SX	15,55	33,35	5,09	37,01	79,38

PHỤ LỤC 2
TỔNG HỢP ĐÁNH GIÁ KẾT QUẢ SỬ DỤNG
THUỐC TUYẾN

TỔNG HỢP VÀ ĐÁNH GIÁ KẾT QUẢ SỬ DỤNG THUỐC TUYỂN

**ĐƠN VỊ THỰC HIỆN: -VIỆN HOÁ HỌC CÔNG NGHIỆP
- CÔNG TY APATIT VIỆT NAM**

HÀ NỘI, 11.2002

CỘNG HÒA XÃ HỘI CHỦ NGHĨA VIỆT NAM
Độc lập - Tự do - Hạnh phúc

Ngày 27 tháng 11 năm 2002

Kính gửi: Tổng công ty Hóa chất Việt Nam

Thực hiện ý kiến của Tổng công ty Hóa chất Việt Nam tại văn bản số 893/CV-KT ngày 6 tháng 11 năm 2002.

Viện Hoá học Công nghiệp và Công ty Apatit Việt Nam đã tiến hành nghiên cứu và sử dụng thuốc mureen VH2000 vào tuyển quặng loại 3 trên dây chuyền công nghiệp ở Nhà máy Tuyển Apatit Lào Cai.

Quá trình sử dụng thuốc mureen VH 2000 có đối chứng với thuốc mureen ngoại hiện Công ty Apatit Việt Nam đang sử dụng (MD 20245 và MD 2370). Đồng thời có sử dụng kết hợp theo các tỷ lệ giữa thuốc mureen VH2000 với các loại thuốc mureen ngoại.

Trên cơ sở kết quả thu thập được (có phụ lục đính kèm) Viện Hoá học Công nghiệp và Công ty Apatit Việt Nam báo cáo và kính trình Tổng công ty.

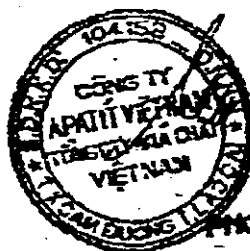
VIỆN HOÁ HỌC CÔNG NGHIỆP

PHÓ VIỆN TRƯỞNG



Trần Văn Chính

CÔNG TY APATIT VIỆT NAM



PHÓ GIÁM ĐỐC

Trần Quang Nam

CÔNG TY APATIT VIỆT NAM
NHÀ MÁY TUYẾN QUẢNG

=====

TỔNG HỢP VÀ ĐÁNH GIÁ KẾT QUẢ SẢN XUẤT
VỚI CÁC TỶ LỆ THUỐC TẬP HỢP

GIÁM ĐỐC NM

Ngày 11 tháng 11 năm 2002

TR. PHÒNG CN-ĐD



Nguyễn Trọng Thu

I/ TỔNG HỢP KẾT QUẢ SẢN XUẤT : Xem các phụ lục kèm theo

II/ NHẬN XÉT VÀ ĐÁNH GIÁ KẾT QUẢ:

1/ Chi phí thuốc tuyển:

Nhìn chung kết quả tổng hợp sản xuất với các tỷ lệ thuốc tập hợp cho thấy:

- Chi phí thuốc tập hợp dao động từ 350-410 g/t Q_3
(Đối với thuốc MD-20370 = 350g/t, đối với thuốc VH-2000 = 410g/t)
- Chi phí Na_2SO_3 dao động từ 420-550g/t Q_3
- Chi phí Na_2CO_3 dao động từ 160-300 g/t Q_3

Tổ hợp thuốc tuyển có chi phí thấp nhất là khi sản xuất độc lập 100% với thuốc tuyển MD-20370:

- MD-20370: 350g/t Q_3
- Na_2SO_3 : 500g/t Q_3
- Na_2CO_3 : 170g/t Q_3

2/ Hiệu quả tuyển nổi:

Qua diễn biến và kết quả sản xuất cho thấy:

- Khi sản xuất trộn 2 loại thuốc MD-20370 với VH-2000 cho hiệu quả cao hơn khi chạy độc lập từng loại thuốc và cũng cao hơn khi chạy phối trộn hai loại thuốc tuyển MD-20245 và VH-2000.
- Hiệu quả tuyển đạt được cao nhất hiện nay là chạy trộn 2 loại thuốc MD-20370/VH-2000 ở tỷ lệ 30/70, chỉ tiêu thu hoạch và thực thu công đoạn khá cao(thu hoạch = 41,29%; thực thu=83,02%). Tỷ lệ thu hoạch cao hơn khi sản xuất độc lập với thuốc MD-20370 là 4%, cao hơn khi sản xuất độc lập với VH-2000 là 5%.

3/ Về tính chất bột và mức độ ổn định của thuốc:

Mức độ ổn định của thuốc tuyển nói riêng, cũng như mức độ ổn định công nghệ nói chung còn tùy thuộc vào nhiều yếu tố như: Năng suất, tính chất quặng 3 vào tuyển... Tuy nhiên qua thực tiễn sản xuất từng thời kỳ, từng loại thuốc có thể đánh giá như sau:

- Khi sản xuất độc lập từng loại thuốc thì mức độ ổn định chưa cao, bột tuyển khoáng hoá kém hơn, biểu hiện của quặng trung gian cũng chưa ổn định(lúc thừa, lúc thiếu, thay đổi về hàm lượng và nồng độ).

- Khi sản xuất phối trộn 2 loại thuốc MD-20370/VH-2000 ở tỷ lệ 40/60 thì lượng trung gian tuần hoàn nhiều làm giảm năng suất nghiền tuyển.
- Khi sản xuất phối trộn 2 loại thuốc MD-20370/VH-2000 ở tỷ lệ 30/70 cho mức ổn định khá cao, bột tuyển khoáng hoá tốt hơn, thể tích bột phù hợp, dễ điều chỉnh quặng trung gian. Cho hiệu quả tuyển tốt.

III/ TÍNH TOÁN CHI PHÍ THUỐC TUYỂN:

- Lấy mức chi phí quặng 3 cho 1 tấn quặng tinh của 10 tháng đầu năm 2002 (Kể cả tăng sót đưa vào) là 3,34 tấn để tính chi phí thuốc tuyển. Khi sử dụng 100% thuốc MD-20370 thì chi phí thuốc cho 1 tấn quặng tinh là:

$$Z_1 = 3,34 \text{ tấn } Q_3 \times 0,35\text{kg thuốc/T} \times 44.800 \text{ đ/kg} = 52.371 \text{ đ}$$

- Ở tỷ lệ 70% VH- 2000 , 30% MD-20370 cho thu hoạch sản phẩm cao hơn (Xem phụ lục), do đó tỷ lệ quặng 3 cho 1 tấn quặng tinh chỉ = 94% khi sử dụng độc lập thuốc MD-20370: $3,34 \times 94\% = 3,14 \text{ tấn } Q_3$. Vậy chi phí thuốc tuyển khi sử dụng tỷ lệ này là:

$$Z_2 = 3,14 \text{ tấn } Q_3 \times 0,38\text{kg thuốc/T} \times \frac{(44.800 \text{ đ} \times 30) + (46.344 \text{ đ} \times 70)}{100} = 54.744 \text{ đ}$$

So sánh Z_1 giảm hơn Z_2 2.273 đ/t Q.tinh. Tuy nhiên, chỉ tiêu này chỉ thuần tuý là giá trị chi phí thuốc tuyển nổi.

IV/ KẾT LUẬN VÀ ĐỀ NGHỊ:

Qua kết quả sản xuất trên cho thấy việc sử dụng phối trộn 2 loại thuốc MD-20370/VH-2000 ở tỷ lệ 30/70 là ổn định và có hiệu quả. Nhà máy ưu tiên sử dụng theo tỷ lệ thuốc MD-20370/VH-2000 = 30/70. Song để chủ động trong quá trình sản xuất (thuốc tuyển ngoại phải đặt hàng trước mới có, thuốc tuyển nội chủ động được), đề nghị Công ty đặt hàng thuốc tuyển cho năm 2003 theo kế hoạch sử dụng trên và đặt hàng thêm 30 tấn thuốc MD-20370.

BẢNG TỔNG HỢP KẾT QUẢ SẢN XUẤT
VỚI THUỐC TẬP HỢP MD-20245 100 % TỪ NGÀY 01/2 - 19/2/2002

Bảng 1

LOẠI THUỐC T.HỢP	CHẾ ĐỘ THUỐC	NGÀY	QUẶNG 3 VÀO TUYẾN				KẾT QUẢ SẢN XUẤT				
			Số Tấn/ngày	H.lượng P ₂ O ₅	Cấp hạt -0,074	Nồng độ	Quặng tinh (M)	Đuôi thải (N)	T.hoạch C.đoạn	T. Thu C.đoạn	P ₂ O ₅ Q. Lọc
MD -20245	MD = 400 g/tấn Q; Na ₂ SiO ₃ = 420 g/t Q; Na ₂ CO ₃ = 300 g/tQ ₃	1	2326	17,64	77,64	41,50	33,54	8,51	36,48	69,35	34,09
		2	2576	17,62	76,78	42,04	33,31	8,43	36,94	69,83	32,91
		3	2321	18,57	77,01	44,31	33,91	8,66	39,25	71,67	32,82
		4	2123	17,69	79,72	42,37	33,41	8,01	38,11	71,98	33,29
		5	2899	16,44	78,36	41,45	32,87	7,18	36,05	72,07	33,48
		6	2920	16,04	78,61	38,75	32,51	5,31	39,45	79,95	32,85
		7	3039	15,73	79,01	37,95	33,67	4,29	38,94	83,35	32,32
		8	2733	15,90	79,10	40,79	33,38	4,45	39,58	83,09	32,56
		9	2766	15,97	79,34	39,87	34,33	5,71	35,85	77,06	33,11
		10	3031	14,62	78,56	42,33	33,06	4,83	34,68	78,42	33,54
		11	2952	13,43	73,73	42,04	32,69	3,79	33,36	81,19	32,33
		12	2585	13,75	78,56	37,70	33,80	4,04	32,63	80,20	33,24
		13	2554	13,97	75,91	40,75	32,60	4,45	33,82	78,92	33,02
		14	2764	14,24	79,10	38,20	33,30	4,27	34,34	80,31	32,28
		15	2712	14,25	77,36	38,33	33,82	4,37	33,55	79,62	33,43
		16	3294	14,8	79,22	40,25	33,70	5,63	32,67	74,39	33,19
		17	3060	14,89	81,19	37,93	34,23	6,44	30,41	69,90	33,59
		18	2534	15,42	82,34	38,91	33,44	6,16	33,94	73,61	33,37
		19	2711	15,36	80,83	39,33	33,13	5,56	35,55	76,67	33,03
TB			2732	15,60	78,55	40,25	33,41	5,79	35,56	76,40	33,08

BẢNG TỔNG HỢP KẾT QUẢ SẢN XUẤT
VỚI THUỐC TẬP HỢP MD-20370 100 % TỪ NGÀY 20/2 - 28/2/2002

Bảng 2

LOẠI THUỐC T.HỢP	CHẾ ĐỘ THUỐC	NGÀY	QUẶNG 3 VÀO TUYẾN				KẾT QUẢ SẢN XUẤT				
			Số Tấn/ngày	H.lượng P ₂ O ₅	Cấp hạt -0,074	Nồng độ	Quặng tinh (M)	Đuôi thải (N)	T.hoạch C.doạn	T. Thu C.doạn	P ₂ O ₅ Q. Lọc
MD - 20370	MD370 = 350g/ TQ; Na ₂ SiO ₃ = 500 g/t Q; Na ₂ CO ₃ = 170 g/tQ;	20	2760	15,25	79,95	39,83	33,41	5,31	35,37	77,50	33,59
		21	2414	16,23	80,71	39,62	33,85	4,85	39,24	81,84	32,84
		22	2945	15,69	78,60	40,29	33,93	5,02	36,91	79,81	32,27
		23	2765	15,63	79,87	41,17	33,21	5,40	36,79	78,16	32,96
		24	2606	15,97	79,60	40,54	33,01	5,22	38,68	79,96	33,08
		25	2594	15,57	81,61	39,59	32,89	5,50	36,77	77,66	33,08
		26	2533	14,87	79,79	40,70	33,61	5,41	33,55	75,82	32,97
		27	2721	15,67	78,91	40,16	33,85	5,35	36,21	78,22	33,11
		28	3080	15,87	77,96	41,45	33,68	5,78	36,16	76,75	33,99
TB			2713	15,64	79,67	40,37	33,49	5,32	36,63	78,41	33,10

BẢNG TỔNG HỢP KẾT QUẢ SẢN XUẤT
VỚI THUỐC TẬP HỢP VH-2000 100 % TỪ NGÀY 01/3 - 20/3/2002

Bảng 3

LOẠI THUỐC T.HỢP	CHẾ ĐỘ THUỐC	NGÀY	QUẶNG 3 VÀO TUYẾN				KẾT QUẢ SẢN XUẤT				
			Số Tấn/ngày	H.lượng P ₂ O ₅	Cấp hạt -0,074	Nồng độ	Quặng tinh (M)	Đuôi thải (N)	T.hoạch C.đoạn	T. Thu C.đoạn	P ₂ O ₅ Q. Lọc
VH 2000	VH = 410 g/tấn Q; Na ₂ SiO ₃ = 500 g/t Q; Na ₂ CO ₃ = 170 g/tQ ₂	1	3020	15,30	79,79	41,87	33,49	5,18	35,75	78,25	33,53
		2	2506	15,04	72,61	41,5	33,86	4,33	36,27	81,65	33,24
		3	2912	15,17	79,76	38,7	33,29	4,24	37,62	82,57	32,90
		4	3160	14,95	72,6	40,29	33,73	4,57	35,60	80,31	33,43
		5	2866	15,11	79,63	41,04	34,76	5,54	32,75	75,34	33,26
		6	2635	15,15	78,16	40,29	33,24	5,81	34,05	74,71	33,59
		7	2852	15,57	74,79	43,41	33,98	6,08	34,01	74,23	33,29
		8	2407	16,40	81,09	39,03	32,92	6,29	37,96	76,21	33,68
		9	2749	16,30	83,6	37,87	32,72	5,36	39,99	80,27	33,47
		10	2652	15,76	80,05	39,96	33,62	5,39	36,73	78,36	33,29
		11	2462	15,06	75,31	40,92	33,52	5,07	35,11	78,16	33,15
		12	2646	15,17	75,26	39,96	33,56	4,98	35,65	78,88	33,22
		13	2953	15,17	80,18	39,31	33,03	4,52	37,36	81,33	33,14
		14	2860	14,49	78,13	40,04	33,40	5,04	33,32	76,81	33,42
		15	2260	15,42	82,51	38,5	33,41	5,41	35,75	77,46	33,47
		16	2520	16,10	77,43	39,54	32,82	6,55	36,35	74,11	33,65
		17	2040	16,79	76,66	40,81	33,11	8,2	34,48	68,00	33,64
		18	2394	16,31	77,18	39,21	33,28	7,04	35,33	72,09	33,09
		19	2966	15,52	75,36	42,29	33,33	6,25	34,23	73,51	33,13
		20	2040	16,73	78,12	39,67	32,70	7,43	36,80	71,93	33,70
TB			2645	15.58	78.26	40,21	33,39	5.66	35.76	76,71	33,36

BẢNG TỔNG HỢP KẾT QUẢ SẢN XUẤT

TRỘN 50/50 % THUỐC TẬP HỢP VH 2000 VỚI MD 20245 TỪ NGÀY 01/4 - 20/4/2002

Bảng 4

LOẠI THUỐC T.HỢP	CHẾ ĐỘ THUỐC	NGÀY	QUẶNG 3 VÀO TUYẾN				KẾT QUẢ SẢN XUẤT				
			Số Tấn/ngày	H.lượng P ₂ O ₅	Cấp hạt -0,074	Nồng độ	Quặng tinh (M)	Đuôi thải (N)	T.hoạch C.đoạn	T. Thu C.đoạn	P ₂ O ₅ Q. Lọc
VH 2000 + MD 20245	VH+MD = 390 g/tấn Q ₃ Na ₂ SiO ₃ = 550 g/t Q ₃ Na ₂ CO ₃ = 170 g/t Q ₃	1	2542	17,30	76,38	39,04	34,52	6,23	39,13	78,08	33,81
		2	2140	16,82	80,63	39,02	34,13	5,81	38,88	78,89	34,35
		3	3027	16,01	72,86	40,96	33,71	6,26	35,52	74,79	33,70
		4	2640	16,10	73,46	39,70	32,96	5,55	38,49	78,80	33,68
		5	3065	15,57	77,02	40,71	32,72	5,93	35,98	75,62	32,86
		6	2653	15,48	78,02	39,58	32,20	3,62	41,50	86,32	31,73
		7	2887	16,21	78,14	40,08	33,60	3,25	42,70	88,51	33,23
		8	1645	16,26	76,87	39,02	33,58	3,99	41,47	85,64	32,66
		9	2273	15,61	74,82	40,02	32,96	4,15	39,78	83,99	33,05
		10	1085	15,99	83,00	37,95	33,42	4,23	40,29	84,20	32,17
		11	1953	15,84	81,21	36,54	34,38	5,84	35,04	76,05	32,26
		12	3080	16,06	80,46	38,74	33,71	5,12	38,27	80,32	33,03
		13	2740	15,49	79,21	39,31	33,33	5,61	35,64	76,69	33,40
		14	3046	15,28	78,30	40,70	33,56	6,74	31,84	69,94	33,55
		15	1816	16,03	80,44	37,24	32,94	5,13	39,19	80,54	33,54
		16	2814	15,39	80,30	38,91	32,43	4,12	39,81	83,89	32,36
		17	3133	14,57	77,10	39,86	33,23	4,10	35,94	81,97	33,51
		18	2613	15,13	78,17	39,16	33,08	4,95	36,19	79,12	32,80
		19	2907	14,91	78,20	37,74	32,90	3,91	37,94	83,73	32,71
		20	2321	14,81	80,67	36,50	33,54	3,66	37,32	84,51	33,08
TB			2519	15,74	78,26	39,04	33,35	4,91	38,05	80,58	33,07

BẢNG TỔNG HỢP KẾT QUẢ SẢN XUẤT
TRỘN THUỐC TẬP HỢP MD-20370 / VH-2000 = 40/60 TỪ NGÀY 04/10 - 10/10/2002

Bảng 5

LOẠI THUỐC T.HỢP	CHẾ ĐỘ THUỐC	NGÀY	QUẶNG 3 VÀO TUYỀN				KẾT QUẢ SẢN XUẤT				
			Số Tấn/ngày	H.lượng P ₂ O ₅	Cấp hạt -0,074	Nồng độ	Quặng tinh (M)	Đuôi thải (N)	T.hoạch C.đoạn	T. Thu C.đoạn	P ₂ O ₅ Q. Lọc
MD20370+ VH	MD+VH = 380 g/tQ Na ₂ SiO ₃ = 500 g/tQ Na ₂ CO ₃ = 160 g/tQ	4	2944	16,22	79,93	41,75	32,63	4,59	41,48	83,44	32,96
		5	2790	16,13	76,10	41,02	32,77	4,78	40,55	82,38	32,20
		6	2632	16,65	77,14	42,08	33,55	4,96	40,89	82,39	32,74
		7	2505	16,95	75,65	42,53	33,81	5,50	40,45	80,68	32,49
		8	2386	16,72	74,93	43,33	33,05	5,32	41,11	81,26	33,12
		9	2321	17,29	76,81	42,45	32,68	4,61	45,17	85,38	33,11
		10	2300	17,95	79,78	42,83	32,52	4,04	45,68	87,13	33,17
TB			2554	16,72	77,19	42,29	33,00	4,83	42,19	83,24	32,83

tỷ lệ MD20370 / VH2000 = 40/60 lượng trung gian thừa, tuần hoàn qua bể cô đặc 1301 và 1304 làm giảm thu hoạch thực t của quá trình tuyển nổi.

BẢNG TỔNG HỢP KẾT QUẢ SẢN XUẤT
TRỘN THUỐC TẬP HỢP MD-20370 / VH-2000 = 30/70 TỪ NGÀY 11/10 - 31/10/2002

Bảng 6

LOẠI THUỐC T.HỢP	CHẾ ĐỘ THUỐC	NGÀY	QUẶNG-3 VÀO TUYẾN				KẾT QUẢ SẢN XUẤT						
			Số Tấn/ngày	H.lượng P ₂ O ₅	Cấp hạt -0,074	Nồng độ	Quặng tinh (M)	Đuôi thải (N)	T.hoạch C.đoạn	T. Thu C.đoạn	P ₂ O ₅ Q. Lọc		
VH 2000 + MD 20370	VH+MD = 380 g/tấn Q Na ₂ SiO ₃ = 480 g/t Q ₃ Na ₂ CO ₃ = 240 g/tQ ₃	11	2542	16,86	78,21	42,65	33,96	3,93	43,06	86,73	33,87		
		12	2338	17,10	80,08	42,37	31,97	4,17	46,51	86,96	32,38		
		13	2968	17,67	82,64	40,29	32,80	5,00	45,58	84,60	32,07		
		14	2068	18,30	82,10	39,7	34,28	5,78	43,93	82,29	33,34		
		15	2099	17,75	83,99	38,92	33,16	5,74	43,80	81,83	33,37		
		16	2373	17,56	83,84	37,25	33,43	4,77	44,63	84,96	33,53		
		17	2635	16,84	81,03	38	33,10	4,73	42,69	83,90	33,46		
		18	2859	16,82	81,45	37,75	34,03	5,19	40,33	81,59	33,36		
		19	2773	16,26	78,56	41,3	34,47	5,91	36,24	76,83	33,13		
		20	2561	16,81	80,86	39,59	33,55	4,90	41,57	82,97	34,02		
		21	2833	15,69	78,69	41,17	32,37	3,55	42,12	86,90	33,57		
		22	2260	16,41	80,81	40,08	32,74	3,18	44,76	89,29	32,94		
		23	2260	15,90	83,02	38,85	33,05	4,37	40,20	83,57	33,00		
		24	2121	16,34	86,50	38,45	33,23	4,85	40,49	82,34	33,45		
		25	2548	16,00	85,24	36,3	33,25	5,47	37,90	78,77	32,98		
		26	2493	15,78	78,50	38,67	34,25	5,94	34,76	75,44	33,82		
		27	2357	16,64	82,52	38,33	33,14	4,90	41,57	82,79	33,43		
		28	2243	15,81	82,53	36,5	33,04	4,17	40,32	84,26	32,42		
		29	2565	15,83	80,11	40,04	33,34	4,69	38,88	81,89	32,90		
		30	3035	16,00	76,24	41,17	33,65	4,15	40,17	84,48	32,86		
		31	2497	15,70	78,09	40,41	33,89	4,76	37,56	81,07	32,49		
		TB			2497	16,57	81,19	39,42	33,37	4,77	41,29	83,02	33,16

BẢNG TỔNG HỢP KẾT QUẢ SẢN XUẤT
TRỘN THUỐC TẬP HỢP MD-20245 / VH-2000 = 30/70 TỪ NGÀY 01/11 - 08/11/2002

Bảng 7

LOẠI THUỐC T.HỢP	CHẾ ĐỘ THUỐC	NGÀY	QUẶNG-3 VÀO TUYẾN				KẾT QUẢ SẢN XUẤT				
			Số Tấn/ngày	H.lượng P ₂ O ₅	Cấp hạt -0,074	Nồng độ	Quặng tinh (M)	Đuôi thải (N)	T.hoạch C.đoạn	T. Thu C.đoạn	P ₂ O ₅ Q. Lọc
MID20245+VH	MID+VH = 350 g/1Q Na ₂ SiO ₃ = 480 g/1Q Na ₂ CO ₃ = 220 g/1Q	1	1775	16,16	86,36	36,42	33,94	5,05	38,46	80,77	33,50
		2	2305	15,28	81,89	35,71	33,53	5,33	35,28	77,43	33,01
		3	2639	14,50	83,66	34,58	34,58	5,25	32,90	76,36	33,29
		4	3036	14,71	79,2	39,25	33,38	4,52	35,31	80,12	33,18
		5	2747	14,01	80,14	40,75	33,54	4,62	32,47	77,73	33,88
		6	2451	15,13	82,05	39,9	33,06	5,22	35,60	77,78	33,36
		7	2727	14,68	81,99	40,54	32,79	5,33	34,05	76,05	33,01
		8	2676	14,41	81,51	40,12	33,31	5,05	33,12	76,56	32,74
TB			2545	14,91	82,10	38,41	33,52	5,05	34,65	77,85	33,25

TÀI LIỆU THAM KHẢO

1. Phạm văn nguyên . Những cây có dầu Việt Nam

NXB KHKT-HN-1981

2. Báo cáo kết quả nghiên cứu khoa học công nghệ năm 1991-1995

TS.Trần Hữu Bưu và các cộng sự - Đề tài nhà nước - thuộc công trình KC-06-01

3. A.C.727620 (СССР) Способ получения жирных кислот Перленко А.А. Серов В.В. и др. Заявл 06.09.76 N° 2401203/ 23.04 Опубл В. Б. и . 1980 N° 14 мки сот С51/22

4. K. Nielsen .J. Amer. Oil. Chem. Soc 1960 V37 N61

5. Евгений Георгиев Технологиза на Етерическите следи Производство Пловдив - 1988

6. и хаджевски съвременни Технологии в производството на масленото тробулки пловдив - 1986

7. Зейналов .С.К. Алундов - А.А. Синтез .Физическа и нефтеных кислот. прямым окислением углеводородов Астимията и трансформация торного масла их применения в Баху - 1967

8. А.С. 789497 (СССР) .Способ получения жирных кислот. Перленко .А.А. Серов .В.В. и др. Опубл и Б.и .1980 . N° 47. мки сот С51/225

9. Báo cáo kết quả tổng kết kết quả nghiên cứu KHCN giai đoạn 1991-1995 và giai đoạn 1998-2001 công trình " Nghiên cứu công nghệ sản xuất thuốc tập hợp hữu cơ để tuyển nổi quặng Apatit loại III Lào Cai "

PGS.TS. Mai Ngọc Chúc và các cộng sự

BỘ KHOA HỌC VÀ CÔNG NGHỆ
CHƯƠNG TRÌNH KC-06
VIỆN HOÁ HỌC CÔNG NGHIỆP

BÁO CÁO TỔNG KẾT

DỰ ÁN KC.06.DA.06.CN

ỨNG DỤNG CÔNG NGHỆ SẢN XUẤT
THUỐC TUYẾN QUẶNG APATIT LOẠI III LÀO CAI
TRÊN CƠ SỞ OXY HOÁ PARAFIN

Chủ nhiệm Dự án: PGS.TS. Mai Ngọc Chúc

Hà Nội, 03-2005

DANH SÁCH CÁC CÁN BỘ THAM GIA

1 -Mai Ngọc Chúc	PGS TS Viện trưởng	Viện HHCN
2- Hà Văn Vội	KS GD Trung tâm	Viện HHCN
3- Bùi Đăng Học	ThS	Viện HHCN
4- Vũ Quang Tụng	KS GD	Công ty Apatit
5- Lê Thị Hoa	KS	Viện HHCN
6- Nguyễn Hoài Vân	ThS	Viện HHCN
7- Vũ Thế Trí	PGS TS	Viện HHCN
8- Trần Hữu Bưu	TS.	Viện HHCN
9- Nguyễn Ngọc Dũng	KS. PGĐ	Công ty Apatit
* 10- Hoàng Văn Hoan	TS. P.Viện trưởng	Viện HHCN <i>TK/KĐ</i>
* 11- Phạm Thế Trinh	TS. P. Viện trưởng	Viện HHCN <i>UKĐ</i>
12- Lưu Hoàng Ngọc	TS.P Viện trưởng	Viện HHCN
13- Lê Thị Kim Liên	KS	Viện HHCN
14- Nguyễn Công Thành	KS	Viện HHCN
15- Nguyễn Ngọc Thanh	ThS.	Viện HHCN
16- Nguyễn Quang Lợi	KS. GD n/m tuyển	Công ty Apatit
17- Nguyễn Trọng Phú	KS. P.GD n/m tuyển	Công ty Apatit
18- Nguyễn Văn Tạo	KS. Trưởng phòng	Công ty Apatit
19- Nguyễn Xuân Vinh	KS	Viện HHCN
20- Nguyễn Hoài Nam	KS	Viện HHCN
21- Lê Thu Hoa	KS	Viện HHCN
22- Mai Thu Hiền	Cử nhân	Viện HHCN

A. MỞ ĐẦU

Nhu cầu về phân bón chứa phospho (phân lân) cho nông nghiệp là rất lớn, nguyên liệu chính để sản xuất phân lân là các loại quặng chứa phospho mà không phải quốc gia nào cũng có. Hiện nay ở Việt Nam phân lân chủ yếu được sản xuất ở dạng Superphosphat đơn mà nguyên liệu chính là apatit loại I Lào Cai có hàm lượng P_2O_5 trong khoảng 32-34%. Việc tuyển quặng loại III thu quặng tinh có hàm lượng P_2O_5 tương đương quặng loại I phục vụ cho sản xuất phân bón superphosphat là nhu cầu cần thiết mang tính chiến lược nhằm sử dụng có hiệu quả nguồn tài nguyên thiên nhiên của đất nước.

Nhà máy Tuyển quặng - Công ty Apatit Việt Nam được Liên Xô trước đây thiết kế và chế tạo thiết bị công suất 760.000 tấn quặng tinh/năm, lượng thuốc tuyển cần cung cấp tương ứng khoảng 1000-1200 tấn/năm. Hiện nay, để đáp ứng nhu cầu quặng tuyển trên thị trường, nhà máy cần khoảng 300-500 tấn thuốc tuyển. Xu hướng dùng quặng tuyển thay thế cho quặng loại I tăng nhanh do quặng apatit loại I trở nên khan hiếm, chi phí cho việc khai thác tăng cao. Đặc biệt, sau khi nhà máy sản xuất phân bón DAP dự kiến năm 2008 đi vào hoạt động, nhu cầu sử dụng quặng apatit tăng lên hơn 1 triệu tấn và vì thế nhu cầu thuốc tuyển sẽ là hơn 1 ngàn tấn.

Từ năm 1997 Công ty Apatit Việt Nam chủ yếu sử dụng thuốc tuyển MD của Thụy Điển. Từ đó đến nay, Thụy điển đã nhiều lần cải tiến thuốc từ MD-20159, MD-20203, MD-20245, MD-20370 và hiện nay là ATRAC 1502NY. Ngoài ra còn một số Công ty của Anh, Mỹ, Phần Lan cũng đang chào thử nghiệm thuốc tuyển của họ.

Vì vậy vấn đề nghiên cứu sản xuất thuốc tuyển trong nước thay thế thuốc tuyển nhập ngoại, tiết kiệm ngoại tệ, chủ động trong việc cung cấp thuốc tuyển và ổn định công nghệ tuyển cho Công ty Apatit Việt Nam là hết sức cấp thiết và cấp bách.

Viện Hóa học Công nghiệp là cơ sở đầu tiên và duy nhất ở Việt Nam nghiên cứu chế tạo thuốc tuyển quặng apatit. Từ năm 1991 đến năm 1995, trong khuôn khổ của đề tài cấp Nhà nước KC 06-01 “Nghiên cứu công nghệ tổng hợp thuốc tập hợp hữu cơ để tuyển nổi quặng apatit loại III Lào Cai” thuộc chương trình KC 06 “Hóa dầu và Vật liệu hóa”, Viện đã tiến hành nghiên cứu và chế tạo thành công trong phòng thí nghiệm thuốc tập hợp hữu cơ DPO-93 có dạng MTK (Nga) từ nguyên liệu dầu thực vật và phân đoạn Parafin tách ra từ dầu DO. Thuốc tuyển DPO-93 đã được thử tuyển trên dây chuyền tuyển Pilot (1994) và tuyển công nghiệp (1996) cho kết quả tương đương thuốc MTK (Nga) và Kempleat (Phân Lan), đề tài đã được Hội đồng nghiệm thu cấp Nhà nước đánh giá đạt xuất sắc và được phép chuyển sang giai đoạn Pilot.

Tuy nhiên khi chuyển sang quy mô lớn hơn đã nảy sinh ra vấn đề xử lý cặn Goudron axit thải ra trong quá trình tách parafin từ dầu DO. Năm 1998-1999, được sự hỗ trợ của Tổng công ty Hóa chất Việt Nam, Viện đã thực hiện thành công đề tài “*Nghiên cứu sử dụng parafin lỏng thay thế dầu Diezen trong sản xuất thuốc tuyển Apatit DPO-93*”, và đã được Hội đồng khoa học Tổng Công ty đánh giá nghiệm thu và cho phép ứng dụng vào dự án P.

Năm 1998 Viện Hóa học công nghiệp đã đề nghị và được Bộ Công nghiệp hỗ trợ thực hiện dự án và xây dựng thành công dây chuyền sản xuất thuốc tuyển công suất 120 tấn/năm. Cùng với việc thực hiện Dự án này, Viện Hóa học Công nghiệp tập trung nghiên cứu chế tạo ra nhiều thế hệ thuốc tuyển apatit cải tiến từ DPO-93 như VH-2K2; VH-2000 thông qua một số đề tài: “*Nghiên cứu nâng cao chất lượng thuốc tuyển quặng Apatit loại III Lào Cai*” và “*Nghiên cứu công nghệ tách axit béo từ nguồn nguyên liệu thực vật và phế thải công nghiệp làm nguyên liệu sản xuất thuốc tuyển quặng Apatit*”... Trong đó sản phẩm thuốc tuyển VH-2K2 đã được Công ty Apatit Việt nam sử dụng để tuyển công nghiệp dưới hình thức pha trộn với MD-20245 với tỷ lệ VH-

2K2/MD-20245 từ 30/70 đến 50/50. Đặc biệt sản phẩm VH-2000 đã được thử nghiệm trên dây chuyền tuyển công nghiệp vào tháng 9/2001 cho thấy có khả năng thay thế hoàn toàn thuốc tuyển nhập ngoại

Tuy nhiên dây chuyền sản xuất này, điển hình là công đoạn oxy hóa parafin cho năng suất và hiệu suất chưa cao; chất lượng sản phẩm chưa ổn định. Những nhược điểm đó đã ảnh hưởng tới hiệu quả kinh tế làm giảm tính cạnh tranh của sản phẩm.

Xuất phát từ thực tế đó, trên cơ sở những kết quả nghiên cứu đã đạt được, Viện Hóa học Công nghiệp đã đề nghị và được Nhà nước phê duyệt, hỗ trợ kinh phí thực hiện Dự án sản xuất thử nghiệm thuốc chương trình KC-06 – Bộ Khoa học và Công nghệ “*Ứng dụng công nghệ sản xuất thuốc tuyển quặng apatit loại III Lào Cai trên cơ sở oxy hóa parafin*”.

I. MỤC TIÊU CỦA DỰ ÁN

Mục tiêu đặt ra của Dự án là tiếp thu công nghệ của Cộng hòa Liên Bang Nga trong lĩnh vực oxy hóa parafin nhằm làm chủ quá trình oxy hóa và nâng cao hiệu suất phản ứng. Trên cơ sở sản phẩm của quá trình oxy hóa parafin xây dựng xưởng sản xuất thuốc tuyển quặng apatit loại III Lào Cai công suất 500 tấn/năm có khả năng điều chỉnh công nghệ để luôn tạo ra sản phẩm có chất lượng mang tính cạnh tranh cao.

II. NỘI DUNG CỦA DỰ ÁN

1. Hợp tác KHKT tiếp nhận công nghệ và thiết kế chế tạo thiết bị của Cộng hòa Liên bang Nga

- Tiếp nhận thiết kế công nghệ và thiết kế lắp đặt thiết bị của dây chuyền sản xuất DO từ khâu oxy hóa parafin đến phối chế thành sản phẩm công suất tương ứng công suất 500tấn/năm.
- Tiếp nhận công nghệ oxy hóa parafin và sản xuất thuốc tuyến dạng MTK

2. Xây dựng xưởng sản xuất thuốc tuyến công suất 500 tấn/năm

- Chế tạo thiết bị oxy hóa parafin và các thiết bị phụ trợ theo thiết kế của Nga.
- Chế tạo thiết bị công đoạn trung hòa, lắng tách và phối chế sản phẩm.
- Thiết kế công nghệ và chế tạo thiết bị tách axit béo từ dầu thực vật, xà phòng hóa axit béo và tiêu chuẩn hóa sản phẩm PO.
- Thiết kế công nghệ và chế tạo thiết bị xử lý môi trường.
- Lắp đặt thiết bị, phối thao, chạy thử và hiệu chỉnh toàn bộ dây chuyền.
- Sản xuất thử 70 tấn sản phẩm và thử tuyến tại Nhà máy tuyến-Công ty Apatit Việt Nam.

2. Nghiên cứu thử nghiệm

- Nghiên cứu hỗ trợ cho dự án để hoàn thiện công nghệ, nâng cao chất lượng và giảm giá thành sản phẩm thuốc tuyến quặng apatit.
- Nghiên cứu công nghệ và thử nghiệm tách phân đoạn axit béo từ nguồn nguyên liệu thực vật và phế thải công nghiệp làm nguyên liệu sản xuất thuốc tuyến quặng apatit.
- Xây dựng tiêu chuẩn chất lượng sản phẩm

B- KẾT QUẢ THỰC HIỆN DỰ ÁN

I. NHỮNG ĐIỂM MỚI THÀNH CÔNG CỦA DỰ ÁN

1. Về công nghệ

1.1. Thay thế dầu DO bằng Parafin

Chúng tôi đã chọn được nguồn parafin thích hợp thay thế dầu diezen và đã xây dựng được công nghệ oxy hóa parafin hoàn toàn chủ động trên dây chuyền sản xuất công nghiệp. Với công nghệ này lần đầu tiên ở Việt Nam đã thành công và thành công này có ý nghĩa quan trọng quyết định thành công của dự án.

Có thể nói, kết quả của dự án đã khẳng định từ một công nghệ rất phức tạp, tính khả thi thấp thành một công nghệ có tính khả thi cao, thao tác đơn giản, hạn chế được việc sử dụng hóa chất độc hại và chủ động được nguồn nguyên liệu cho sản xuất.

1.2. Nghiên cứu thành công công nghệ tách axit béo từ dầu thực vật và phế thải công nghiệp.

Dự án đã huy động tiềm lực khoa học công nghệ trong Viện và đã nghiên cứu thành công công nghệ tách axit béo thích hợp từ dầu thực vật làm thuốc tuyến quặng apatit. Thành công này có ý nghĩa kinh tế cao, đã thời gian phản ứng từ 48 giờ xuống còn 16 giờ, giảm tiêu hao năng lượng, chi phí nhân công..., vì thế giảm được giá thành sản phẩm.

1.3. Nghiên cứu thành công thể hệ phụ gia có tính chọn lọc và tập hợp cao làm tăng chất lượng thuốc tuyến. Có thể nói đây là thể hệ phụ gia thích hợp và ưu việt nhất mà dự án đã nghiên cứu thành công.

1.4. Từ thuốc tập hợp VH-2000 chúng tôi đã tiếp tục nghiên cứu và phối chế tạo ra được thể hệ thuốc tuyến thể hệ mới VH-2003, VH-2004 đưa vào

sản xuất năm 2004 có tính chọn lọc và tập hợp cao hơn hẳn phù hợp để tuyển quặng Apatit loại III Lào Cai.

2. Về thiết bị

Viện Hóa học công nghiệp đã kết hợp với một số đơn vị trong nước để thiết kế và chế tạo, lắp đặt thành công dây chuyền sản xuất thuốc tuyển quặng apatit loại III Lào Cai với công suất đăng ký với Nhà nước là 500 tấn/năm nhưng thực chất nghiệm thu đạt 1000 tấn/năm.

Với sự cải tiến hệ thống gia nhiệt, hệ thống lắng tách, hệ thống sản xuất PO và DO đã cho phép tự động hóa từng phần tạo ra sự ổn định về công nghệ, hạn chế tối thiểu sự cháy nổ có thể xảy ra trong quá trình sản xuất. Tăng cường được năng suất thiết bị gấp 3-10 lần so với trước đây, góp phần giảm giá thành sản phẩm.

3. Về môi trường

Với sự thay đổi về công nghệ, Dự án đã giải quyết được vấn đề chất thải rắn, lỏng mà công nghệ cũ chưa giải quyết được. Với công nghệ cũ cứ một tấn sản phẩm tạo ra 3 tấn chất thải rắn, lỏng. Việc xử lý lượng chất thải này rất phức tạp và tốn kém.

4. Về sản phẩm

Dự án đã tạo ra thế hệ thuốc tập hợp hoàn chỉnh là VH-2K2, VH-2000, các sản phẩm này thể hiện sự vượt trội so với DPO-93 trước đây về các tính năng tập hợp và tính chất bột, tương đương với thuốc tuyển nhập của Thụy Điển loại MD20245. Đặc biệt thế hệ thuốc tuyển cải tiến của dự án tên cơ sở VH-2000 vào năm 2004 đã cạnh tranh và ưu điểm hơn hẳn thuốc tuyển hiện nay của Thụy Điển.

5. Về quản lý

Dự án không những thành công về mặt công nghệ mà còn thành công về phương pháp quản lý khoa học công nghệ. Dự án đã tập hợp được sức mạnh, sự đoàn kết hợp tác của cán bộ khoa học trong và ngoài Viện, gắn nghiên cứu khoa học và sản xuất kinh doanh

II. HỢP TÁC KHOA HỌC KỸ THUẬT TIẾP NHẬN CÔNG NGHỆ VÀ THIẾT BỊ CỦA LIÊN BANG NGA:

Từ năm 1991 - 1995 Viện Hóa học Công nghiệp đã thực hiện thi công đề tài cấp Nhà nước KC 06 -01 "*Nghiên cứu công nghệ tổng hợp thuốc tập hợp hữu cơ để tuyển nổi quặng Apatít loại III Lào Cai*". Kết quả đề tài thuốc tập hợp hữu cơ có dạng MTK (Nga) đã được chế tạo với quy mô phòng thí nghiệm. Đề tài đã được hội đồng nghiệm thu cấp Nhà nước đánh giá đạt xuất sắc và cho phép chuyển sang dạng filot.

Năm 1999 Viện đã triển khai dự án "*Nghiên cứu hoàn thiện công nghệ, xây dựng dây chuyền sản xuất thử nghiệm thuốc tập hợp hữu cơ DPO - 93 để tuyển nổi quặng Apatít loại III Lào Cai*". Dự án đã thiết kế, chế tạo và lắp đặt dây chuyền sản xuất thử nghiệm công suất 120 tấn/ năm. Dây chuyền đã sản xuất thử và cung cấp cho Công ty Apatít Lào Cai hàng trăm tấn thuốc tuyển với chất lượng khá.

Nhà máy tuyển quặng thuốc Công ty Apatít Việt Nam được Liên Xô thiết kế và chế tạo thiết bị với công suất thiết kế là 760.000 tấn quặng tinh/ năm. Những năm trước đây nhà máy vận hành ở giai đoạn I công suất 300.000 tấn quặng tinh/ năm, số lượng thuốc tuyển sử dụng hết 300 -500 tấn. Phần lớn lượng thuốc tuyển này được nhập ngoại. Để đáp ứng nhu cầu về phân bón chứa Photpho Nhà nước đã đầu tư xây dựng nhà máy sản xuất phân DAP tại Hải Phòng. Nguyên liệu chính của nhà máy DAP là quặng tuyển. Như vậy, nhu

cầu về quặng tinh sẽ lên đến hàng triệu tấn/ năm và lượng thuốc tuyển sử dụng hàng năm sẽ tới hàng ngàn tấn.

Với mục tiêu sản xuất thuốc tuyển trong nước thay thế thuốc tuyển nhập ngoại để chủ động trong việc cung cấp thuốc tuyển và ổn định công nghệ tuyển cho nhà máy tuyển, dây chuyền sản xuất thử thuốc tuyển quặng Apatít loại III - Lào Cai công suất 120 tấn/ năm đã bộc lộ một số nhược điểm: Năng suất, hiệu suất thấp, chất lượng sản phẩm chưa ổn định, công đoạn oxy hóa parafin có chất lượng và hiệu quả chưa cao. Các nhược điểm này đã ảnh hưởng đến hiệu quả kinh tế, giảm tính cạnh tranh của sản phẩm. Để giải quyết các tồn tại trong sản xuất thuốc tuyển Viện Hóa học Công nghiệp đã xây dựng dự án *“Ứng dụng công nghệ sản xuất thuốc tuyển quặng Apatít loại III Lào Cai trên cơ sở oxy hóa parafin”* với các mục tiêu sau:

⊗ Tiếp thu công nghệ và thiết bị tiên tiến của Liên bang Nga trong lĩnh vực oxy hóa parafin nhằm làm chủ quá trình oxy hóa và nâng cao hiệu suất phản ứng.

⊗ Xây dựng xưởng sản xuất thuốc tuyển quặng Apatít loại III công suất 500 tấn thuốc tuyển (100 % hoạt chất)/ năm có khả năng điều chỉnh công nghệ tạo ra các loại thuốc tuyển có chất lượng mang tính cạnh tranh cao.

Dự án đã được Nhà nước phê duyệt và thực hiện từ năm 2002. Nội dung phân hợp tác khoa học kỹ thuật tiếp nhận công nghệ và thiết bị của Liên bang Nga gồm:

- Tiếp nhận thiết kế công nghệ và thiết kế lắp đặt thiết bị của dây chuyền sản xuất DO từ khâu oxy hoá parafin đến phối chế thành sản phẩm công suất 500 tấn thuốc tuyển/ năm.

- Mua các thiết bị oxy hoá parafin và phụ trợ với công suất như thiết kế.

- Tiếp nhận công nghệ oxy hóa parafin và sản xuất thuốc tuyển dạng MTK.

- Tiếp nhận hướng dẫn, lắp đặt, vận hành và đào tạo cán bộ kỹ thuật.

Trong quá trình xây dựng dự án, ngày 22/ 12/ 2001 Đoàn công tác tại Viện Hóa học Công nghiệp do PGS. TS Mai Ngọc Chúc làm trưởng đoàn đã ký hợp đồng số 27 với Công ty cổ phần khoa học sản xuất Sinter PAV Liên bang Nga (Phụ lục 1) với nội dung chính: Bên bán (Nga) thực hiện việc nghiên cứu khoa học, chế tạo và chuyển giao cho bên mua (Viện Hóa học Công nghiệp) tại cảng Hải Phòng dây chuyền thiết bị bán công nghiệp để oxy hóa parafin sản xuất thuốc tẩy MTK cũng như tiến hành công việc lắp đặt, chạy thử hiệu chỉnh và chuyển giao công nghệ. Tổng giá trị hợp đồng là 111.070 USD bao gồm:

- Thiết bị và phụ kiện: 48.570 USD
- Công nghệ (know.how), đào tạo: 35.000 USD
- Thiết kế: 9.000 USD
- Vận chuyển: 10.500 USD
- Chỉ đạo lắp đặt: 8.000 USD

Ngay sau khi dự án được phê duyệt Viện Hóa học Công nghiệp đã tiến hành đàm phán với Công ty cổ phần khoa học sản xuất Sinter PAV Cộng hòa Liên bang Nga để thực hiện hợp đồng số 27. Tuy nhiên, do điều kiện khó khăn của Liên bang Nga hợp đồng số 27 đã không được thực hiện, thay vào đó, thông qua Công ty vật tư và xuất nhập khẩu hóa chất của Việt Nam, Viện Hóa học Công nghiệp đã ký với Công ty cổ phần khoa học sản xuất Sinter PAV Cộng hòa Liên bang Nga hợp đồng chuyển giao công nghệ từ nước ngoài vào Việt Nam với nội dung:

☉ Bên giao công nghệ (Nga) thực hiện việc nghiên cứu khoa học chuyển giao quy trình công nghệ, bản vẽ thiết kế pilot cho dây chuyền sản xuất thuốc tẩy loại MTK quy mô 300 tấn/ năm, chỉ đạo lắp đặt, chạy thử hiệu chỉnh dây chuyền và hướng dẫn vận hành để sản xuất ra được sản phẩm.

- ☉ Tổng giá trị của hợp đồng là: 57.200 USD. Trong đó:
 - Thuế thu nhập trả cho Chính phủ Việt Nam: 5.200 USD.
 - Quy trình công nghệ và thiết kế thi công: 44.000 USD.

- Lắp đặt thiết bị và đào tạo: 8.000 USD.

- ⊗ Các công việc do bên bán thực hiện:

- Chuyển giao quy trình công nghệ.

- Thiết kế thi công:

- + Sơ đồ thiết bị và quá trình công nghệ

- + Các bản vẽ về chế tạo tháp oxy hóa parafin lỏng.

- + Các bản vẽ về chế tạo bộ tách.

- + Các bản vẽ về chế tạo tháp rửa.

Tuy nhiên, việc thực hiện hợp đồng không đúng tiến độ như đã thỏa thuận. Để hoàn thành thực hiện dự án Viện Hóa học Công nghiệp đã có công văn đề nghị ban chủ nhiệm chương trình KC 06 xin được thay đổi nội dung và tiến độ thực hiện dự án. Ngày 28 tháng 05 năm 2003, Bộ Khoa học và Công nghệ đã ra công văn số 1170/ KH-CN gửi Viện Hóa học Công nghiệp với nội dung sau:

- Đồng ý chuyển nội dung dự án từ tiếp nhận đồng bộ: thiết kế, công nghệ và thiết bị sản xuất DO của Liên bang Nga sang tiếp nhận thiết kế công nghệ và thiết bị để tự chế tạo thiết bị ở trong nước.

- Việc thay đổi này phải đảm bảo các tiêu chí kỹ thuật của các thiết bị tự chế tạo không làm giảm các chỉ tiêu kinh tế, kỹ thuật chủ yếu của sản phẩm dự án đã được ký kết trong hợp đồng, không làm tăng thêm nguồn kinh phí hỗ trợ từ ngân sách đã được duyệt.

- Đồng ý kéo dài thời gian thực hiện dự án đến hết tháng 5 năm 2004.

Thực hiện công văn 1170/ KH-CN của Bộ khoa học và công nghệ Viện Hóa học Công nghiệp đã cử đoàn công tác sang Cộng hòa Liên bang Nga, cử cán bộ ở lại Công ty cổ phần khoa học sản xuất Sinter PAV để thúc đẩy việc thực hiện hợp đồng số 27. Tuy nhiên, phía Nga do nhiều điều kiện khó khăn nên chỉ thực hiện được một phần của hợp đồng gồm:

- Chuyển giao quy trình công nghệ.

- Thiết kế thi công:

- + Sơ đồ thiết bị và quá trình công nghệ.
- + Bản vẽ về chế tạo tháp oxy hóa parafin lỏng.
- + Bản vẽ về chế tạo bộ tách.
- + Bản vẽ về chế tạo tháp rửa.

với tổng chi phí 26.400 USD.

Tháng 10 năm 2004 Viện Hóa học Công nghiệp đã sang Cộng hòa Liên bang Nga quyết toán hợp đồng chuyển giao công nghệ (hợp đồng số 27).

© Các kết quả thực hiện hợp đồng số 27:

1. Quy trình công nghệ

Gồm 114 trang với các nội dung như sau:

(Phụ lục 2)

1.1 Giới thiệu chung bao gồm:

- Công đoạn oxy hóa parafin với các công đoạn làm sạch khí.
- Công đoạn xà phòng hóa.
- Công đoạn tách chất không xà phòng hóa từ dung dịch xà phòng.
- Công đoạn tách chất không xà phòng hóa từ oxalat xà phòng hóa bằng autoclave.
- Giới thiệu những công đoạn tương tự như xưởng tổng hợp các axit béo bậc cao của nhà máy hóa chất xebecino.
- Trình độ kỹ thuật phát minh sáng kiến và tiêu chuẩn phát minh của quá trình, nêu lên những ưu điểm của quá trình.
- Tính toán để cải tạo thiết bị mang lại hiệu quả cao hơn theo phương án "C" hiện đại.
- Giới thiệu về bản quyền tác giả của công nghệ.
- Các phân tích để đi đến kết luận: Quá trình tuyển quặng Apatit có thể đi theo nhiều hướng.

1.2. Trình độ kỹ thuật, đăng ký bản quyền và đánh giá trình độ

Phần này nêu bật những ưu điểm kỹ thuật của quá trình so với nước ngoài và giới thiệu bản quyền tác giả Liên Xô số 1564797.

1.3 Đặc tính kỹ thuật của nguyên liệu chính và phụ, các sản phẩm của quá trình sản xuất cũng như các yêu cầu, điều kiện bảo quản, chuyên chở.

1.4. Đặc tính kỹ thuật của chất cặn và chất thải, điều kiện bảo quản, lưu kho, xử lý cặn.

1.5. Quá trình công nghệ:

- Sơ đồ công nghệ và sơ đồ cân bằng vật chất của quá trình.
- Mô tả quá trình chính.
- Kiểm tra tự động hóa quá trình công nghệ.
- Mô tả công nghệ làm sạch phần cặn, chất thải và xử lý nước làm lạnh.
- Sơ đồ cân bằng vật chất, tấn/năm.

1.6. Các yếu tố vận hành sản xuất thuốc tuyến MTK

Phần này đưa ra các thông số của chế độ và điều kiện làm việc giới hạn cho phép của các phân đoạn: oxy hóa parafin, phân đoạn làm lạnh khí thải và dầu ngưng, công đoạn xà phòng hóa và tách phần không xà phòng hóa lần "0", lần "1", định mức tiêu hao và cân bằng vật chất của quá trình.

1.7. Định mức nguyên vật liệu.

1.8. Cân bằng vật chất của quá trình.

1.9. Cơ sở hóa lý của quá trình gồm:

- Cơ sở hóa học của quá trình.
- Tính chất hóa học của quá trình.

1.10. Tính toán các thiết bị chính:

- Phương pháp tính toán quá trình và thiết bị.
- Phương pháp tính dung tích thiết bị.
- Bảng các thiết bị trao đổi nhiệt và bơm.

1.11. Tính chất lý hóa của các chất và hỗn hợp.

- Tính chất lý, hóa của các chất phản ứng, trung gian và sản phẩm ẩm.
- Tính chất nhiệt.

1.12. Giới thiệu, mô tả quá trình cân bằng vật chất ở những thiết bị chính:

- Giới thiệu các yếu tố ảnh hưởng của các chất và phương pháp bảo vệ thiết bị.

- Giới thiệu, mô tả cân bằng vật chất của quá trình chính.

1.13. Kiểm tra và vận hành sản xuất

- Kiểm tra, phân tích quá trình sản xuất và các yếu tố nguy hiểm, độc hại đến môi trường xung quanh.

1.14. An toàn phòng chống cháy nổ và vệ sinh công nghiệp.

- Giới thiệu về tính chất của các chất độc hại và cháy nổ.

- Nhóm và các dạng nổ nguy hiểm.

- Những yêu cầu chung về trường hợp nguy hiểm trong quá trình sản xuất.

- Những vấn đề nổ nguy hiểm.

- Những vấn đề cháy nguy hiểm.

- Tính chất tĩnh điện.

- Giới thiệu những biện pháp cụ thể bảo vệ người lao động trong quá trình sản xuất.

- Điều kiện làm việc của người lao động.

- Các phương pháp loại bỏ những chất độc hại và các chất tạo thành trong quá trình cháy nổ.

- Các biện pháp cấp cứu khi có cháy nổ.

- Giới hạn hàm lượng oxy và các hợp chất khác được sử dụng trong quá trình sản xuất.

1.15. Bảo vệ môi trường

- Bảo vệ môi trường khí.

- Xác định thành phần khí thải ra môi trường.

- Phương pháp xác định nồng độ các chất độc hại.

- Phương pháp so màu xác định tổng hàm lượng axit cacboxylíc có phân tử lượng thấp.

- Phương pháp so màu xác định ruteni với sự tạo phức Vanadiquinolime.

- Phương pháp so màu xác định tổng andehit với thuốc thử Fuchin.

1.16. Giới thiệu quá trình vận hành, khởi động và tắt thiết bị

- Chuẩn bị trước khi bật máy.
- Bật máy trong điều kiện làm việc bình thường.
- Dừng máy trong điều kiện làm việc bình thường.
- Dừng máy trong điều kiện cháy nổ.
- Chuẩn bị sửa chữa.

2. Sơ đồ thiết bị và quá trình công nghệ:

2.1. Quá trình công nghệ bao gồm:

- Oxy hóa hỗn hợp parafin và DTH bằng oxy không khí.
- Làm sạch không khí và tách phần dầu ngưng.
- Xà phòng hóa oxidat.
- Tách chất không xà phòng hóa.
- Tách lần 1 chất không xà phòng hóa thu sản phẩm thuốc MTK.
- Bổ sung làm sạch không khí đã sử dụng.

2.1.1. Cân bằng vật chất của quá trình:

Xem Phụ lục 11

2.1.2. Mô tả quy trình chính của công nghệ.

2.1.2.1. Phân oxy hóa:

Các thông số chính:

- Thời gian oxy hóa: 7h.
- Tỷ lệ parafin mới/ parafin thu hồi là 1/1 - 1/2.
- Nhiệt độ phản ứng là 120°C gia nhiệt bằng hơi (0.6 MPA).
- Thành phần dầu nhẹ gồm: parafin nhẹ, ete, rượu, andehit.
- Xử lý khí bằng phương pháp hấp thụ trong dung dịch kiềm 5%.

2.1.2.2. Phân xà phòng hóa:

Các thông số chính:

- Xà phòng hóa oxidat bằng dung dịch NaOH 25%.
- Nhiệt độ xà phòng hóa: 95°C - 100°C.

- Thời gian xà phòng hóa: 1h.
- Thời gian tách 3- 4h, nhiệt độ: 90°C - 95°C.

2.1.2.3. Công nghệ làm sạch chất dư thừa; chất thải rắn, lỏng:

Chất dư thừa (khí dầu nhẹ) được hấp thụ ở tháp hấp thụ kiềm 15%, được cô đặc và chuyển về bộ đốt. Nước ngưng được thu gom được sử dụng để rửa cặn muối dư trong thiết bị trao đổi nhiệt. Khí thải thu được từ không khí tuần hoàn sau khi oxy hóa parafin được chuyển sang thiết bị đốt. Các kết tủa trên bề mặt thiết bị trao đổi nhiệt được làm sạch bằng nước tuần hoàn.

2.1.2.4. Kiểm tra tự động hóa quá trình công nghệ:

Phần này nêu ra các thông số cần kiểm tra tại các thiết bị; khoảng giới hạn cho phép; sai số cho phép; những tín hiệu cần thiết và diễn tả mức độ nguy hiểm của thông số cuối.

2.1.2.5. Cân bằng vật liệu tấn/ năm.

2.2. Sơ đồ thiết bị: (Phụ lục 3)

3. Các bản vẽ về chế tạo tháp oxy hóa parafin lỏng: (Phụ lục 4)

4. Các bản vẽ về chế tạo bộ tách: (Phụ lục 5)

5. Các bản vẽ về chế tạo tháp rửa: (Phụ lục 6)

III. XÂY DỰNG XƯỞNG SẢN XUẤT THUỐC TUYẾN CÔNG SUẤT 500 TẤN/NĂM

1. Vị trí lắp đặt, cơ sở hạ tầng

Xưởng sản xuất thuốc tuyến công suất 500 tấn/năm được lắp đặt tại nhà xưởng số 3 nằm trong khuôn viên rộng 3 ha tại cơ sở 2 của Viện Hóa học Công nghiệp – Cầu Diễn - Hà Nội.

Mô tả khái quát nhà xưởng-kết cấu hạ tầng:

- Các thiết bị chính của dây chuyền được đặt trong nhà xưởng với tổng diện tích là khoảng 600 m², trong đó có khoảng 500m² dành để lắp đặt 03 hệ thiết bị chính của dây chuyền là: hệ thống thiết bị sản xuất DO, hệ

thiết bị sản xuất PO và hệ thiết bị phối chế sản phẩm cuối cùng. Ngoài ra nhà xưởng có 4 phòng nhỏ dành cho bộ phận quản lý vận hành và phân tích sản phẩm, có 01 buồng điều khiển điện tử mọi quy trình vận hành của toàn bộ hệ thống thiết bị.

- Nhà xưởng được kết cấu bằng tường xây, thép vững chắc, có hệ thống thoát nước hợp lý. Do yêu cầu về độ cao của tháp oxy hóa, nhà xưởng được thiết kế và xây dựng với độ cao của mái là trên 10m, có hệ thống mái kép thông gió và hệ thống cửa sổ đúng quy cách, đảm bảo đủ ánh sáng và thoát khí cho toàn bộ hệ thống.
- Xung quanh nhà xưởng được bố trí một số thiết bị phụ trợ như nhà nồi hơi, nhà xử lý, đốt khí thải; hệ thống bể nước cấp; hệ thống xử lý nước thải và thu hồi dầu, hệ thống tế chứa nguyên liệu, kho, bãi chứa nguyên liệu, sản phẩm.
- Tổng mặt bằng dành cho dự án ước tính khoảng 5000 m²

2. Các hạng mục xây dựng xưởng thuộc tuyến công suất 500 tấn/năm

Trong quá trình thực hiện dự án, những hạng mục chính sau đây đã được hoàn thành:

- Chế tạo và lắp đặt hệ thống oxy hóa n-parafin, hệ thống trung hòa, lắng tách và phối chế sản phẩm DO
- Thiết kế, chế tạo và lắp đặt hệ thống thiết bị tách axit béo từ dầu thực vật, xà phòng hóa axit béo và tiêu chuẩn hóa sản phẩm PO.
- Thiết kế, chế tạo và lắp đặt hệ thiết bị xử lý môi trường
- Lắp đặt thiết bị, phối hợp, chạy thử và hiệu chỉnh toàn bộ dây chuyền

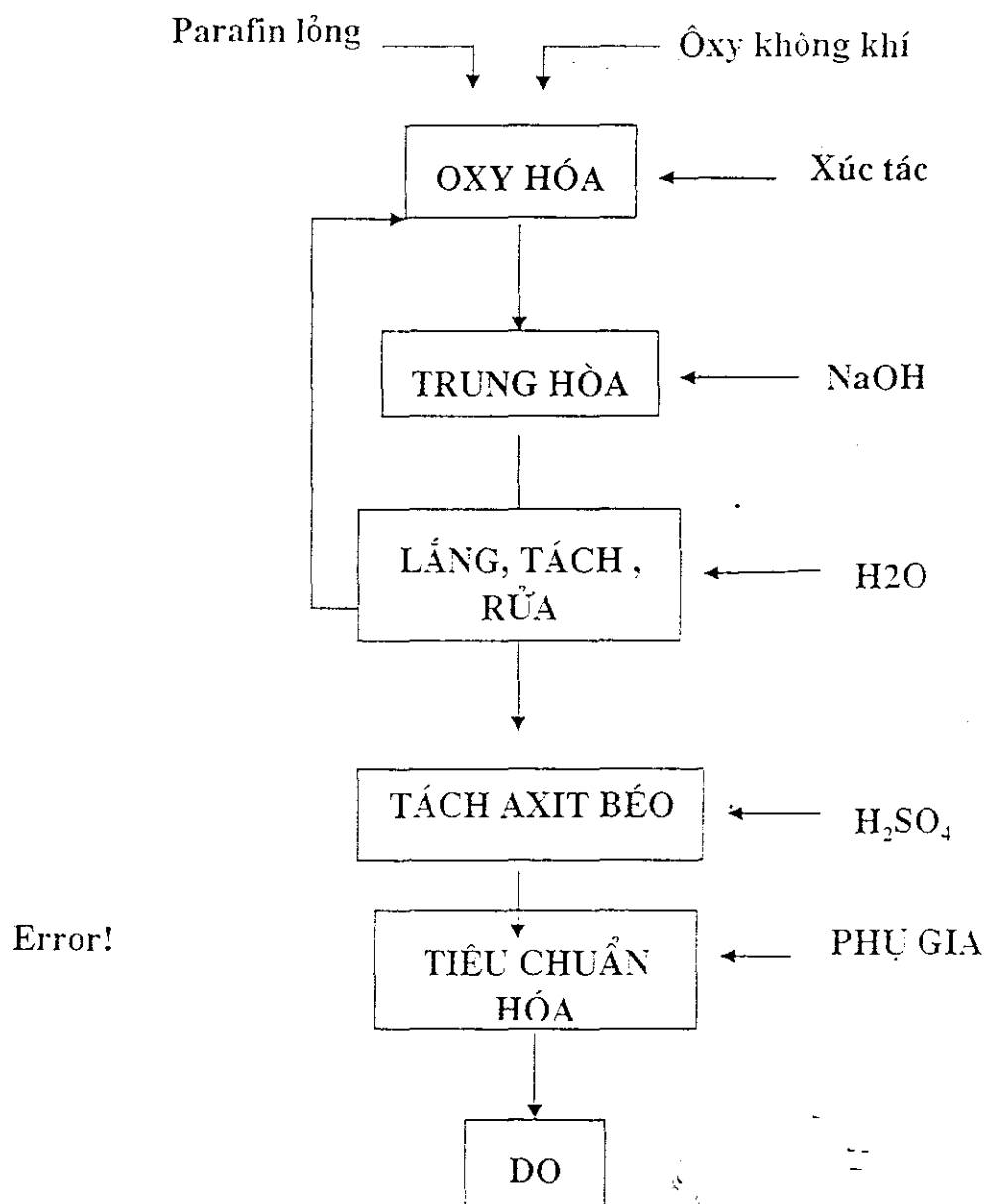
2.1. Chế tạo và lắp đặt hệ thống oxy hóa n-parafin; hệ thống trung hòa, lắng tách và phối chế sản phẩm DO

2.1.1. Mô tả công nghệ

DO là sản phẩm của hỗn hợp các axit và sản phẩm hữu cơ chứa oxy khác tách ra trong quá trình oxy hóa phân đoạn parafin lỏng thích hợp được trung hòa và phối chế với các phụ gia. Phản ứng oxy hóa chuyển hóa parafin lỏng thành axit hữu cơ được thực hiện trên tháp oxy hóa, bên trong tháp có bộ trao đổi nhiệt, đảm bảo duy trì nhiệt độ cho phản ứng oxy hóa bằng hơi quá nhiệt được điều khiển tự động. Tháp oxy hóa làm việc theo nguyên lý gián đoạn (loại tháp sỏi bọt) có bộ phận phân phối khí để đảm bảo tiếp xúc tốt giữa oxy không khí và parafin lỏng, tạo điều kiện tăng tốc độ cho phản ứng oxy hóa. Ôxy không khí được cấp vào tháp qua hệ thống nén khí có điều khiển tốc độ và lưu lượng.

Sau khi oxy hóa (từ 4-5 giờ, chỉ số axit ≥ 50) khối phản ứng được trung hòa bằng NaOH trong thiết bị trung hòa, có gia nhiệt, sinh hàn và hệ thống khuấy trộn. Hỗn hợp sau trung hòa được tách rửa ở hệ thống thiết bị lắng tách. Phần parafin chưa bị oxy hóa được rửa sạch bằng nước nhiều lần, tách loại nước, parafin chưa oxy hóa được đưa trở lại tháp oxy hóa. Phần axit hữu cơ đã trung hòa được phối chế thêm một số phụ gia và được điều chỉnh thành phần theo chỉ tiêu chất lượng đã quy định tại thiết bị tiêu chuẩn hóa sản phẩm DO. Sản phẩm DO đã sản xuất như trên được nạp vào thùng phuy, đưa đi bảo quản hoặc phối chế thành thuốc tập hợp.

2.1.2. Sơ đồ quy trình công nghệ



2.1.3. Thiết bị sản xuất DO- Chế tạo và lắp đặt

2.1.3.a. Giải pháp về thiết bị

Trong công nghệ chế tạo thuốc tuyến, khâu quyết định đến chất lượng sản phẩm và hiệu suất của toàn bộ dây chuyền sản xuất DO là công đoạn oxy hóa parafin. Phản ứng oxy hóa parafin xảy ra ở nhiệt độ $140^{\circ}\text{C} - 150^{\circ}\text{C}$ là phản ứng tỏa nhiệt. Trên thế giới, thiết bị oxy hóa parafin được thiết kế hoạt động

theo phương pháp liên tục, có ưu điểm là năng suất thiết bị cao, ít tốn năng lượng. Tuy nhiên thiết bị liên tục đòi hỏi phải có các thông số công nghệ rất ổn định, mặt khác việc thiết kế chế tạo thiết bị này rất phức tạp, đòi hỏi trình độ công nghệ cao. Với mục tiêu nghiên cứu để tìm ra chế độ công nghệ phù hợp thì việc sử dụng thiết bị gián đoạn với ưu điểm dễ thay đổi thông số công nghệ sẽ thích hợp hơn, chính vì vậy chúng tôi quyết định chọn công nghệ oxi hóa gián đoạn.

Để cấp nhiệt cho hệ thống, chúng tôi lựa chọn giải pháp gia nhiệt bằng hơi quá nhiệt giải nhiệt bằng nước và tháp có thêm bộ phận phân phối khí và điều tiết khí. Với giải pháp này tháp oxy hóa chế tạo ra đã đáp ứng được yêu cầu của công nghệ: tăng hiệu suất của phản ứng oxi hóa, dễ điều chỉnh và khống chế được các chế độ công nghệ, kể cả nhiệt độ khối phản ứng, dễ vận hành và sử dụng an toàn. Mặt khác, việc sử dụng nồi hơi quá nhiệt đã giảm được chi phí về năng lượng cho toàn bộ dây chuyền, vì các công đoạn khác như trung hòa, lắng tách DO và sản xuất PO cũng cần phải gia nhiệt.

2.1.3.b. Tổ chức thi công: chế tạo và lắp đặt

- Chỉ đạo chung và giám sát thi công: Ban điều hành Dự án
- Thiết kế chế tạo thiết bị và lập dự toán:
 - + Công ty Sinter PAV – Cộng hòa liên bang Nga
 - + Bộ phận Thiết kế - Viện Hóa học Công nghiệp
- Gia công chế tạo thiết bị
 - + Thiết bị chịu áp lực: Công ty nồi hơi Việt Nam
 - + Tháp oxy hóa: Công ty nồi hơi Việt Nam
 - + Thiết bị trung hòa: Xưởng Cơ khí - Viện Hóa học Công nghiệp
 - + Thiết bị chiết tách sản phẩm: Xưởng Cơ khí - Viện Hóa học CN
- Lắp đặt thiết bị, giàn giá và sàn thao tác: Công ty nồi hơi Việt nam
 - + Hệ thống nồi hơi và đường ống hơi: Công ty nồi hơi Việt nam chế tạo và lắp đặt.

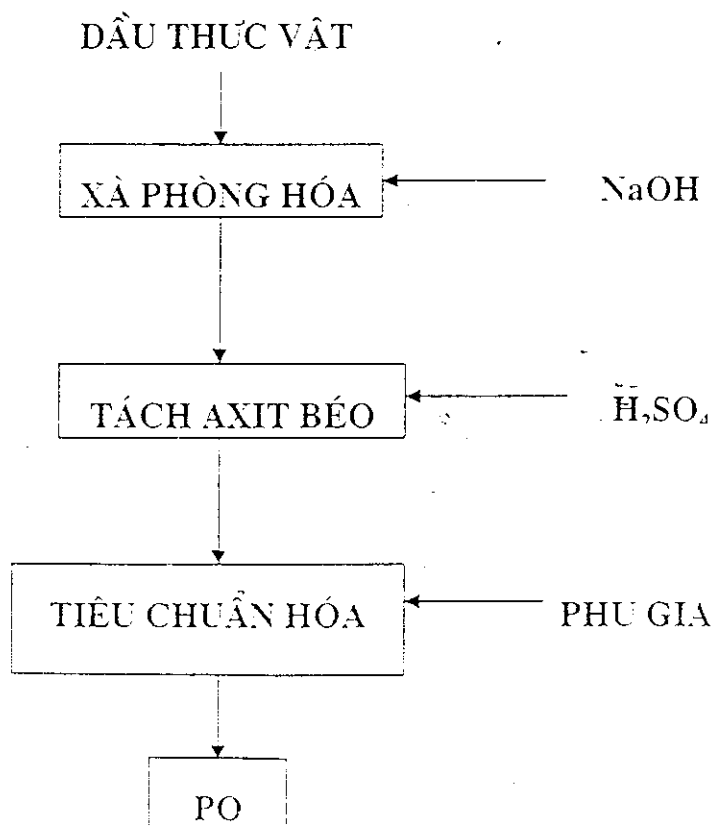
- + Các thiết bị phụ trợ: Xưởng Cơ khí -Viện Hóa học CN
 - Thi công, xây dựng, sửa chữa nhà xưởng: Công ty Tây Hồ –Bộ Quốc phòng.
- Toàn bộ dây chuyền thiết bị sản xuất DO chi tiết xem ở phụ lục 7

2.2. Thiết kế chế tạo và lắp đặt hệ thống thiết bị tách axit béo từ dầu thực vật, xà phòng hóa axit béo và tiêu chuẩn hóa sản phẩm PO.

2.2.1. Mô tả công nghệ

PO là chế phẩm của quá trình xà phòng hóa dầu thực vật được phối trộn thêm phụ gia để tăng cường tính chọn lọc. Dầu thực vật được xà phòng hóa bởi NaOH trong các thiết bị có hai vỏ, có hệ thống khuấy trộn và hệ điều chỉnh nhiệt độ. Thiết bị xà phòng hóa làm việc theo công nghệ gián đoạn. Hỗn hợp sau phản ứng được tách rửa, phối chế thêm một số phụ gia để tăng tính chọn lọc. Quá trình này được thực hiện tại thiết bị tiêu chuẩn hóa sản phẩm PO

2.2.2. Sơ đồ quy trình công nghệ



2.2.3. Chế tạo và lắp đặt thiết bị

Thiết bị dùng để xà phòng hóa dầu thực vật và phế thải động vật là hai nồi thép (dung tích 10 m³/nồi), có hệ thống gia nhiệt có thể điều chỉnh được, có hệ thống cánh khuấy, có van xả đáy thuận tiện cho công đoạn tách rửa sản phẩm sau khi đã xà phòng hóa.

Hai thiết bị xà phòng hóa được chế tạo tại Viện Hóa học Công nghiệp và được lắp đặt đúng quy cách do Công ty nồi hơi Việt Nam thực hiện. Chi tiết kích thước thiết bị điều chế PO được thể hiện ở phụ lục 8

2.3. Công nghệ và chế tạo thiết bị xử lý môi trường

2.3.1. Chất thải - nguyên nhân và biện pháp xử lý

Chất thải ra trong quá trình sản xuất thuốc tuyến gồm:

- Khí thải của công đoạn oxy hóa
- Nước thải của công đoạn tách rửa sản phẩm chứa chất hữu cơ.

Khí bay ra trong quá trình phản ứng oxy hóa parafin gồm chủ yếu là hơi nước, một phần nhỏ axit hữu cơ mạch ngắn, các este nhẹ, các aldehyt, xeton và aleol mạch ngắn. Trong dự án này khí thải được ngưng tụ lại tại thiết bị ngưng tụ, phần nước ngưng tụ được tách loại ra, còn phần dầu nhẹ ở thùng phân ly được dẫn qua lò đốt (nhiệt độ > 1000°C). Sau khi đốt, phần lớn các hợp chất hữu cơ được chuyển hóa thành H₂O và CO₂, phần còn lại rất ít được hấp thụ trong tháp hấp thụ, cuối cùng, khí được thải ra ngoài qua ống khói cao trên 20m.

Nước thải của công đoạn tách rửa sản phẩm được xử lý tại hệ thống bể xử lý nước thải đạt tiêu chuẩn cho phép để thải ra đường thải chung của Viện. Tuy dây chuyền sản xuất được thiết kế và lắp đặt kín nhưng trong quá trình sản xuất khó tránh khỏi rò rỉ gây mùi, đặc biệt ở công đoạn tách rửa sản phẩm và đóng thùng. Trong quá trình thực hiện dự án Viện Hóa học Công nghiệp đặc

biệt chú trọng vấn đề xử lý chất thải quá trình công nghệ, nhằm giảm đến mức tối đa ảnh hưởng của chúng đến môi trường xung quanh. Ở đây, vấn đề giáo dục ý thức trách nhiệm của đội ngũ công nhân vận hành là rất quan trọng, đóng góp không nhỏ vào việc giảm ô nhiễm môi trường.

2.3.2. Thiết bị xử lý môi trường – chế tạo và lắp đặt

Thiết bị xử lý môi trường bao gồm hệ thống tháp hấp thụ các chất hữu cơ và một lò đốt (nhiệt độ đốt đạt trên 1000°C). Chi tiết xem phụ lục9

Lò đốt được thiết kế lắp đặt tại vị trí cách xa tháp oxy hóa parafin 20m, do Viện Hóa học Công nghiệp hoàn thiện.

2.4. Lắp đặt thiết bị, kiểm tra, chạy thử và hiệu chỉnh toàn bộ dây chuyền.

2.4.1. Lắp đặt thiết bị, chạy thử và hiệu chỉnh dây chuyền

Sơ đồ thiết bị tổng thể toàn bộ dây chuyền sản xuất DO, sản xuất PO và phối chế sản phẩm cuối cùng được trình bày tại phụ lục10

Tháp oxy hóa n-parafin hình trụ được gia nhiệt bằng hơi quá nhiệt, có sinh hàn và hệ thống chỉnh nhiệt được lắp đặt tại vị trí thuận lợi nhất cho việc cấp nhiệt và thoát khí thải cũng như cấp nguyên liệu. Sản phẩm đã oxy hóa được bơm sang thiết bị trung hòa 6 m^3 , tráng men, có hệ thống gia nhiệt, và cánh khuấy và được trung hoà bằng NaOH. Sau khi trung hoà sản phẩm được tháo xuống két chứa và sau đó được bơm chuyển sang 4 bể lắng tách sản phẩm. Dầu parafin không phản ứng được bơm trở lại tháp oxy hóa, sản phẩm đã xà phòng hóa được tách rửa, tiêu chuẩn hóa theo tiêu chuẩn DO đã quy định.

Cấp nhiệt cho toàn hệ thống là nồi hơi công suất 2 T/h, cấp khí cho tháp oxy hóa từ máy nén khí (8). Khí thải từ tháp oxy hóa được dẫn qua lò đốt (15) và thoát ra qua ống khói ra ngoài.

Dầu thực vật và dung dịch xút được đưa vào nồi xà phòng hóa 10m³ bằng hệ thống bơm (46). Sau khi đã xà phòng hóa, sản phẩm được tách axit béo và tiêu chuẩn hoá theo tiêu chuẩn PO.

DO, PO và phụ gia được bơm vào thiết bị phối chế (40) dung tích 6m³ tráng men có hệ thống gia nhiệt, chỉnh nhiệt và khuấy. Các thành phần được phối trộn đều, xác định chỉ tiêu và sản phẩm được đóng thùng bảo quản.

Toàn bộ thiết bị chính được lắp liên hoàn trong nhà xưởng bao gồm hệ thống oxy hóa, hệ thống xà phòng hóa và hệ thiết bị phối chế. Tất cả thiết bị được điều khiển điện tử tại buồng điều hành chung. Các thiết bị lắp ráp hợp lý, có sẵn thao tác thuận lợi cho công nhân khi điều hành các trang thiết bị.

Nước thải của quá trình được thu gom qua hệ thống cống ngầm và được dẫn ra hệ thống bể xử lý.

Các thiết bị phụ trợ như máy nén khí (8); nồi hơi (16); các hệ thống téc chứa nguyên liệu (19,25,30,45,47) và hệ thống téc chứa sản phẩm trung gian (5,17,18,26,28,33,34,35), hệ thống lò đốt xử lý nước thải (15) được lắp đặt hợp lý và đạt được hiệu quả sử dụng tốt nhất.

Toàn bộ dây chuyền thiết bị đã được lắp đặt hoàn chỉnh, đạt tiêu chuẩn đưa vào sản xuất công nghiệp có hệ thống sẵn thao tác thuận lợi cho vận hành các thiết bị, có 03 cầu thang lên xuống đảm bảo an toàn cho quá trình sản xuất.

Sau khi đã lắp đặt xong toàn bộ hệ thống thiết bị: tháp oxy hóa parafin, hệ thống thiết bị xà phòng hóa và nồi phối chế, cùng với toàn bộ hệ thống thiết bị phụ trợ (nồi hơi, máy nén khí, téc chứa nguyên liệu, lò đốt xử lý khí thải...) chúng tôi đã tiến hành chạy thử không tải, tiếp theo đó là chạy thử 03 mẻ oxy hóa parafin điều chế DO và 02 mẻ trên thiết bị xà phòng hóa để điều chế PO. Kết quả cho thấy :

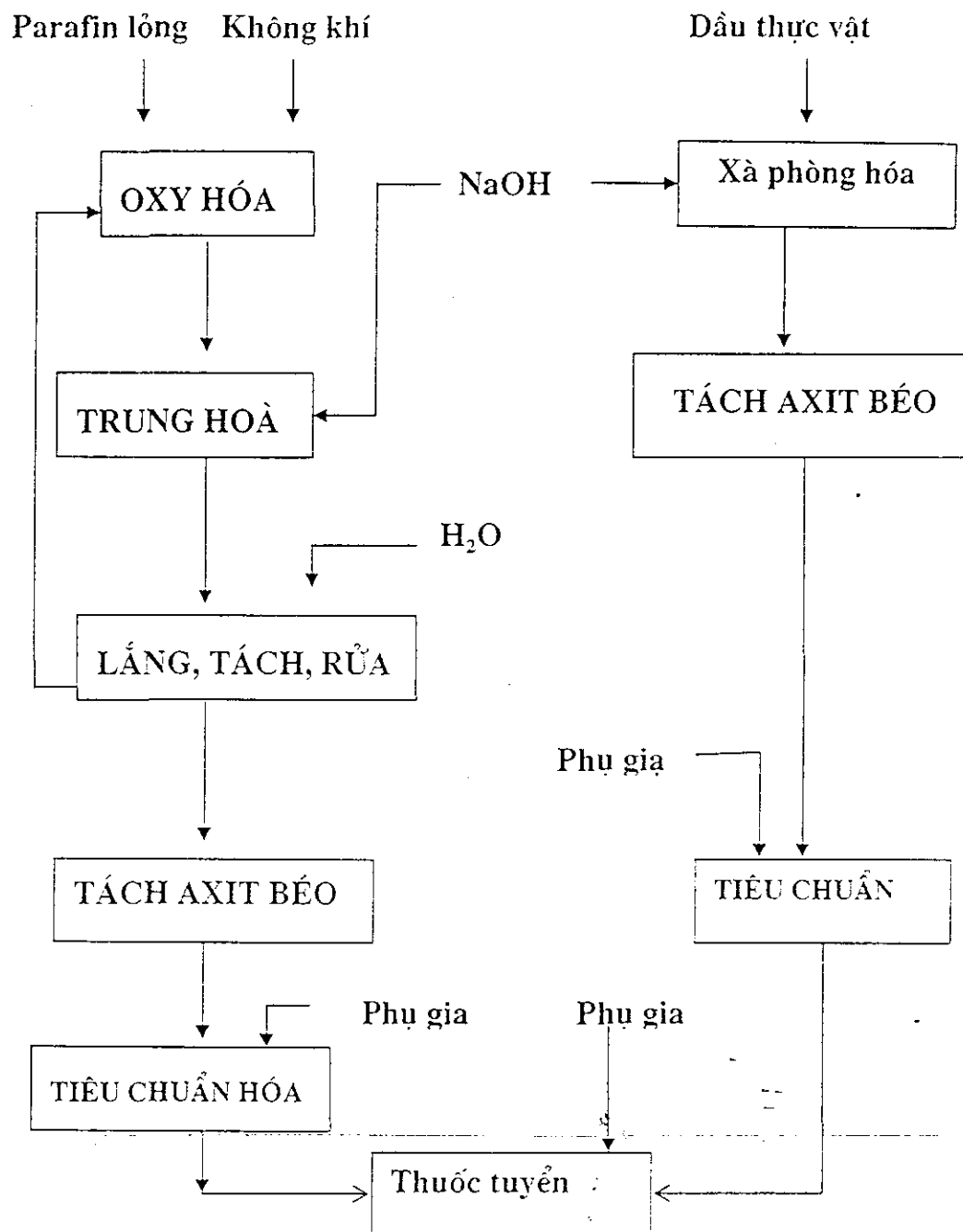
- Thiết bị vận hành ổn định

- Sản phẩm đạt tiêu chuẩn quy định

Tuy nhiên trong quá trình chạy thử, chúng tôi đã phải tiến hành hiệu chỉnh lại thiết bị, cụ thể:

- Chỉnh lại tốc độ khí từ máy nén vào tháp oxy hóa để đạt tốc độ và lưu lượng khí vào tháp cho hợp lý.
- Chỉnh lại hệ thống dẫn khí thải qua lò đốt để đạt hiệu suất đốt cao nhất.
- Tăng cường một số đồng hồ đo áp lực sau tháp oxy hóa nhằm đảm bảo cho hệ thống thiết bị vận hành an toàn.
- Chỉnh lại hệ thống van, bơm để loại trừ những khả năng rò rỉ
- Kiểm tra lại toàn bộ hệ thống điều khiển điện tử tại buồng điều khiển trung tâm và các bảng điện lắp đặt ngay tại thiết bị.
- Kiểm tra lại toàn bộ hệ thống đồng hồ báo áp lực tại các thiết bị áp lực.

2.4.2. Sơ đồ quy trình công nghệ tổng thể



2.4.3. Phối chế sản phẩm

DO và PO được sản xuất theo quy trình như miêu tả ở mục 2.1 và 2.2 được đưa vào hệ thống phối chế sản phẩm. Đơn phối liệu các thành phần thuốc tập hợp được lựa chọn theo tỷ lệ đã thử nghiệm ổn định. Tại đây, phụ gia được đưa thêm vào phối trộn theo tỷ lệ quy định. Các thành phần được nạp vào nồi

phối chế dung tích 6 m³, tráng men, có vỏ gia nhiệt, hệ thống cánh khuấy và hệ thống điều chỉnh nhiệt. Sản phẩm phối chế xong được kiểm tra các chỉ tiêu chất lượng theo yêu cầu đã định, sau đó được đóng thùng, bảo quản.

2.5. Kết quả sản xuất thí nghiệm trên dây chuyền sản xuất thuốc tuyển công suất 500 tấn/ năm.

2.5.1 Sản xuất DO:

- Đã tiến hành sản xuất thử nghiệm có tải trên hệ thống oxy hóa: 36 ca
- Số ca sản xuất ổn định: 30
- Tổng số sản phẩm DO loãng thu được: 62.705 kg.
- Tổng số sản phẩm DO sau khi cô đặc (100%) thu được: 13.510 kg.

(tương đương số sản phẩm VH2000 sau khi phối trộn sẽ thu được: 90.066 kg).

⊗ Số sản phẩm VH2000 đã phối trộn: 70.000 kg.

⊗ *Chất lượng sản phẩm:*

2.5.1.a. Chỉ số axit trung bình của sản phẩm.

- Oxydat (sản phẩm sau khi oxy hóa): 47,01.
- Sản phẩm DO: 114,7.

2.5.1.b. Độ ổn định của sản phẩm:

- CSA oxydat: 47 ± 2
- CSA của sản phẩm: 115 ± 2
- Hàm lượng dầu lẩn trong sản phẩm: 0,48 %
- Hiệu suất thu hồi sản phẩm: 67,55 % (sản phẩm/ nguyên liệu).

Sơ sánh chất lượng sản phẩm với chỉ tiêu kỹ thuật:

Thông số kỹ thuật	Sản phẩm	Chỉ tiêu
- Màu sắc sản phẩm	Nâu sẫm	Nâu sẫm
- Trạng thái (ở 20°C)	Dầu sánh	Dầu sánh
- Chỉ số axit	114,7	> 102
- Chỉ số iot	40-45	≥40
- Hàm lượng hữu cơ	≥99%	≥98%
- Hàm lượng kiềm dư	≤0,1	≤ 0,3

2.5.2 Sản xuất PO

Đã tiến hành sản xuất thử nghiệm 20 mẻ.

- Lượng nguyên liệu tiêu thụ:

Dầu: 43.550 kg

NaOH: 6.780 kg

H₂SO₄: 9.350 kg

- Lượng sản phẩm PO thu được: 40.150 kg

Chất lượng sản phẩm	Kết quả	Chỉ tiêu kỹ thuật
- Màu sắc	Vàng sáng	Vàng sáng
- Trạng thái	Past	Past
- CSA mgKOH/g	198,75	> 198

2.6. Kết quả thí nghiệm tuyển quặng Apatít loại III Lào Cai tại Phòng thí nghiệm của nhà máy tuyển quặng apatít Việt Nam.

Thuốc tuyển sản xuất trên dây chuyền mới công suất 500t/năm được thử nghiệm tuyển nhằm đánh giá chất lượng và tính khả tuyển, thuốc tuyển này được ký hiệu là VH-2004.

2.6.1 Điều kiện thí nghiệm:

- Quặng đầu vào: Lấy tại thùng khuấy tiếp xúc số 1 của dây chuyền sản xuất công nghiệp ca 2 ngày 15/ 09/ 2004 hàm lượng P₂O₅: 17,23%.

- Na₂CO₃ & Na₂SiO₃ lấy tại vò cấp thuốc của dây chuyền sản xuất công nghiệp: nồng độ Na₂CO₃: 2% ; Na₂SiO₃: 2,5%.

- Thuốc tuyển VH ký hiệu là VH2004 sử dụng ĐO và PO sản xuất thử nghiệm từ dây chuyền 500 tấn/ năm (có sử dụng phụ gia mới).

- Các thuốc tuyển khác lấy tại phòng thí nghiệm của nhà máy.

Tất cả các thuốc tuyển pha với nồng độ 0,5%

2.6.2 Chi phí:

- Thủy tinh lỏng: 600g/tấn.
- Sô đa: 300 g/tấn.
- Thuốc tập hợp : 350g/tấn.

cho tất cả các thí nghiệm.

2.6.3. Kết quả thí nghiệm sơ bộ so sánh các loại thuốc tuyển:

2.6.3..a. Thí nghiệm tuyển sơ bộ

Thí nghiệm tuyển sơ bộ được thực hiện trên máy tuyển 1,5l.

Quặng đầu vào hàm lượng $P_2O_5 = 17,23\%$.

(Mỗi mẫu được lặp lại 03 lần, kết quả lấy trung bình)

TT	Kí hiệu mẫu	Sản phẩm	$\beta(\%P_2O_5)$	Thu hoạch(%)	Thực thu (%)
1	VH2000	Quặng tinh	29,46	42,66	72,95
		Quặng thải	8,13	57,34	
2	MD20370	Quặng tinh	29,33	42,71	72,70
		Quặng thải	8,21	57,29	
3	VH2000/ MD20370	Quặng tinh	29,36	42,92	73,13
		Quặng thải	8,11	57,08	
4	MD1502NY	Quặng tinh	27,47	53,75	85,69
		Quặng thải	5,33	46,25	
5	VH2003	Quặng tinh	27,19	53,52	84,46
		Quặng thải	5,76	51,18	
6	VH2004	Quặng tinh	27,30	53,81	85,71
		Quặng thải	5,56	46,19	

Kết quả thử tuyển cho thấy mẫu thuốc tuyển VH2004 có chất lượng gần tương đương với MD1502NY. Để đánh giá chính xác hơn chất lượng mẫu thuốc tuyển này chúng tôi tiếp tục thử tuyển vòng hồ gồm 3 tuyển tinh và 1 tuyển vớt.

2.6.3.b. Thí nghiệm tuyển vòng hồ

Tiến hành thí nghiệm thử tuyển vòng hồ với thuốc VH2004 (sử dụng thuốc tuyển đối chứng là ATRAC 1502NY). Kết quả thí nghiệm dẫn ra ở bảng sau:

Số TN	Tên sản phẩm	Chỉ tiêu (%)			Chi phí thuốc tuyển
		P ₂ O ₅	Thu hoạch	Thực thu	
TN1	Quặng tinh	34.42	24.43	49.84	Na ₂ SiO ₃ : 600 g/t Na ₂ CO ₃ : 300 g/t VH2004: 300 g/t
	Quặng thải	5.32	47.94	15.12	
	Trung gian 1	17.35	11.20	11.52	
	Trung gian 2	23.76	8.38	11.80	
	Trung gian 3	26.17	4.84	7.51	
	Bọt tuyển vớt	22.14	3.21	4.21	
	Cộng	16.87	100.00	100.00	
TN2	Quặng tinh	35.27	27.87	57.99	Na ₂ SiO ₃ : 600 g/t Na ₂ CO ₃ : 300 g/t 1502 NY: 300 g/t
	Quặng thải	5.03	45.32	13.45	
	Trung gian 1	15.35	10.17	9.21	
	Trung gian 2	19.98	6.84	8.06	
	Trung gian 3	22.91	5.15	6.96	
	Bọt tuyển vớt	15.78	4.65	4.33	
	Cộng	16.95	100.00	100.00	

Kết quả tuyển vòng hồ cho thấy chế độ thuốc tuyển đã lựa chọn hợp lý. khả năng làm giàu P₂O₅ ở các khâu tuyển tinh nhìn chung đạt yêu cầu.

Quan sát quá trình tuyển vòng hồ thấy tính chất bột và hiệu quả lắng lọc quặng tinh không thay đổi so với kết quả tuyển sơ bộ. Tính chất bột của thuốc VH2004 dòn, dễ vỡ, hiệu quả lọc quặng tinh cao hơn so với thuốc ATRAC 1502NY làm đối chứng

2.6.3.c. Kết quả thí nghiệm vòng kín đối với thuốc tuyển VH-2004

Thông số kỹ thuật	Giá trị	Chỉ tiêu cần đạt
Hàm lượng quặng tinh % P_2O_5	32,83	> 32
Hàm lượng quặng thải % P_2O_5	5,54	< 5,1
Thực thu quặng tinh %	71,59	> 58
Thu hoạch quặng tinh %	37,56	> 29

Từ kết quả thí nghiệm tuyển vòng kín trên đây cho thấy: Khi sử dụng thuốc tuyển VH-2004 cho thấy hiệu quả tuyển cao, cụ thể là hàm lượng quặng tinh đạt trên 32% P_2O_5 , đặc biệt là thu hoạch quặng tinh đạt 37,56% và thực thu quặng tinh đạt 71,59%, vượt xa các chỉ tiêu yêu cầu, tính chất bột được cải thiện rõ rệt. Điều này cho phép ta có thể đưa thuốc tuyển VH-2004 vào tuyển công nghiệp.

IV. TỔNG HỢP KẾT QUẢ SẢN XUẤT

Các thuốc tuyển cải tiến và thuốc tuyển sản xuất trên dây chuyền mới công suất 500t/năm đã được nghiên cứu thử tuyển trong phòng thí nghiệm và trên thực tế sản xuất tại nhà máy tuyển quặng Apatit-Lào cai.

1. Thử nghiệm trong công nghiệp và kết quả sản xuất

1.1. Thử nghiệm sử dụng thuốc tuyển VH-2003

1.1.1. Bảng tổng hợp kết quả sản xuất với thuốc tập hợp 1502NY + VH-2003 tỷ lệ 20/80.

Chế độ thuốc (g/t)			Kết quả sản xuất (%)				
MD+VH	Na ₂ SiO ₃	Na ₂ CO ₃	β (P ₂ O ₅)	θ (P ₂ O ₅)	γ (TH)	ε (TT)	Độ ẩm quặng lọc
380	520	220	33,27	5,44	41,25	81,11	25,61
380	520	220	34,59	5,17	39,77	81,54	25,13
360	540	220	32,34	4,21	42,84	85,20	25,71
360	540	220	32,32	4,70	42,36	83,48	24,30
360	540	220	32,51	5,57	43,20	84,40	24,65
368	532	220	33,01	4,82	41,85	83,14	25,08

Kết quả trung bình sau 5 ngày chạy thử nghiệm sản xuất công nghiệp dùng phối hợp thuốc tập hợp 1502 NY với VH-2003 theo tỉ lệ 20/80 đạt thu hoạch quặng tinh 41,85%, thực thu 83,14%, đây là một kết quả khả quan tuy nhiên độ ẩm quặng lọc vẫn còn khá cao ~ 25%, chi phí thuốc không giảm.

1.1.2. Bảng tổng hợp kết quả sản xuất với thuốc tập hợp 1502NY + VH-2003 tỉ lệ 30/70:

Chế độ thuốc (g/t)			Kết quả sản xuất (%)				
MD+VH	Na ₂ SiO ₃	Na ₂ CO ₃	β	θ	γ	ε	Độ ẩm quặng lọc
360	530	210	33,62	4,57	44,81	85,29	25,61
330	520	210	33,70	4,76	39,63	82,30	23,20
330	520	210	32,80	4,31	41,35	84,29	23,39
300	520	210	32,73	4,29	38,54	82,71	23,19
320	520	210	32,95	5,00	40,07	85,50	22,00
320	520	210	33,38	4,38	41,11	83,57	22,48
327	522	210	33,03	4,59	40,91	83,30	23,31

Kết quả trung bình sau 6 ngày chạy thử nghiệm sản xuất công nghiệp dùng phối hợp thuốc tập hợp 1502 NY với VH-2003 theo tỉ lệ 30/70 đạt thu hoạch quặng tinh 40,91%, thực thu 83,30%, hàm ẩm tinh quặng 23,31% với chi phí thuốc tập hợp 327gam/tấn cho thấy ở tỉ lệ phối hợp này thuốc tập hợp đã phát huy tốt khả năng tập hợp cũng như tính chọn lọc của chúng. Chi phí thuốc giảm, quá trình sản xuất diễn ra ổn định.

1.1.3. Bảng tổng hợp kết quả sản xuất với thuốc tập hợp 1502NY 100%:

Chế độ thuốc (g/t)			Kết quả sản xuất (%)				
MD	Na ₂ SiO ₃	Na ₂ CO ₃	β	θ	γ	ε	Độ ẩm quặng lọc
330	650	210	33,28	5,01	41,92	82,74	25,61
330	650	210	33,95	4,58	39,77	83,03	23,75
310	650	210	33,45	5,05	39,93	81,49	24,08
310	650	210	33,55	5,44	38,63	79,52	23,16
310	650	210	32,36	5,07	40,71	81,42	24,53
330	650	210	33,09	4,52	41,30	83,74	24,44
330	650	210	32,63	4,28	42,57	84,7	23,67
321	650	210	33,19	4,85	40,69	82,44	24,26

Kết quả trung bình sau 10 ngày chạy thử công nghiệp dùng 100% thuốc tập hợp 1502 NY, với chi phí 321gam/tấn đạt thu hoạch quặng tinh 40,69%, thực thu 82,44%. Đây là một loại thuốc tập hợp có tính tập hợp và chọn lọc tốt, tuy nhiên bột còn nhiều đôi khi tràn ngăn máy.

1.1.4. Bảng tổng hợp kết quả sản xuất với thuốc tập hợp 1502NY + VH-2003 tỷ lệ 40/60:

Chế độ thuốc (g/t)			Kết quả sản xuất (%)				
MD+VH	Na ₂ SiO ₃	Na ₂ CO ₃	β	θ	γ	ε	Độ ẩm quang lọc
330	650	180	32,35	4,88	41,65	82,55	25,41
330	650	180	32,47	5,20	40,63	81,04	24,00
330	650	180	34,03	5,28	39,30	80,67	22,29
300	650	180	34,32	5,93	37,06	77,31	23,79
300	650	180	33,00	5,41	38,67	79,37	23,79
330	650	180	33,17	5,06	41,09	82,05	24,30
320	650	180	33,22	5,29	39,71	80,52	23,93

Kết quả trung bình sau 6 ngày chạy thử sản xuất công nghiệp, thuốc tập hợp 1502 NY kết hợp với VH-2003 với chi phí 320gam/tấn đạt thu hoạch quang tỉnh 39,71%, thực thu 80,52%. Chi phí thuốc tuyến giảm, tuy nhiên hàm lượng đuôi thải còn cao, bột tuyến nhiều, giai không ổn định.

1.1.5. Bảng tổng hợp kết quả sản xuất với thuốc tập hợp MD20370 + VH-2003 tỷ lệ 30/70:

Chế độ thuốc (g/t)			Kết quả sản xuất (%)				
MD+VH	Na ₂ SiO ₃	Na ₂ CO ₃	β	θ	γ	ε	Độ ẩm quang lọc
330	365	180	33,17	5,06	41,09	82,05	24,30
330	368	180	32,69	4,80	40,44	82,22	24,71
350	368	180	32,71	4,37	42,98	84,94	25,94
350	368	180	33,08	4,15	41,24	84,83	25,29
350	368	180	33,86	4,85	37,47	80,71	23,78
350	368	180	33,72	4,93	39,22	81,52	25,09
347	367,5	180	33,21	4,69	40,42	82,76	24,85

Kết quả trung bình của 6 ngày chạy thử nghiệm sản xuất công nghiệp dùng phối hợp thuốc tập hợp MD 20370 với VH-2003 theo tỉ lệ 30/70 đạt thu hoạch quặng tinh 40,42%, thực thu 82,76%, chi phí thuốc giảm một chút so với khi dùng phối hợp MD 20370 với VH-2000 (chi phí 360gam/tấn).

Nhận xét chung:

Khi sử dụng phối hợp thuốc tuyển VH2003 với thuốc 1502NY theo tỷ lệ 80/20 cho kết quả tuyển tương đối tốt, lần đầu tiên tỷ lệ này được sử dụng thử ở công nghiệp.

Khi sử dụng ở tỷ lệ 70/30 kết quả tuyển nổi trội nhất so với các phương án đã thử. Quá trình sản xuất diễn ra ổn định

Khi sử dụng 100% thuốc tuyển 1502NY kết quả tuyển thấp hơn so với 2 tỷ lệ trên (80/20 và 70/30) bột nhiều đôi khi tràn ngăn máy.

Đối với tỷ lệ phối trộn 60/40 kết quả tuyển chưa thật tốt so với các tỷ lệ trên do hàm lượng quặng đuôi thải cao hơn, hàm lượng tinh quặng chưa ổn định, bột nhiều, phải điều chỉnh nếu không sẽ gây tràn ngăn máy và không giảm được chi phí thuốc tuyển xuất.

1.2. Kết quả sử dụng thuốc tuyển quặng Apatít (VH-2004) sản xuất từ dây chuyền mới (500 T/năm) trên nhà máy tuyển quặng Apatít Việt Nam: tháng 11/ 2004 (tuyển công nghiệp).

Thông số kỹ thuật	Kết quả	Chỉ tiêu
Hàm lượng quặng đầu vào	16,59	$15,8 \pm 1$
Hàm lượng quặng tinh % P_2O_5	32,88	> 32
Hàm lượng quặng thải % P_2O_5	4,92	< 5,1
Thu hoạch tinh quặng %	33,91	> 29
Thực thu tinh quặng %	69,08	> 58
Chi phí thuốc tuyển kg/tấn quặng tinh	0,9	1,1

Trên đây là những giá trị trung bình các thông số kỹ thuật thu được tại dây chuyền tuyển công nghiệp (nhà máy tuyển Lào Cai) tháng 11/2004.

Kết quả cho thấy: Hàm lượng quặng tinh đạt trên mức yêu cầu, hàm lượng quặng thải giảm nằm trong giới hạn cho phép. Đặc biệt là thu hoạch tinh quặng đạt cao (33,91%) và thực thu quặng tinh đạt 69,08%, vượt giá trị theo chỉ tiêu quy định (>58%) và chi phí thuốc cũng thấp hơn định mức đặt ra (0,9 kg/ tấn tinh quặng so với 1,1). Như vậy, thuốc tuyển do Viện Hóa học Công nghiệp sản xuất từ dự án 500 T/năm đáp ứng được yêu cầu tuyển công nghiệp và có thể sản xuất lượng lớn để cung cấp cho Nhà máy tuyển quặng apatit loại III Lào Cai.

V-NHỮNG NGHIÊN CỨU HỖ TRỢ CHO DỰ ÁN ĐỂ HOÀN THIỆN CÔNG NGHỆ NÂNG CAO CHẤT LƯỢNG VÀ HẠ GIÁ THÀNH SẢN PHẨM THUỐC TUYỂN QUẶNG APATIT

1. Thuốc tuyển DPO-93.

Từ kết quả thử tuyển thuốc tập hợp DPO-92 Viện Hoá Học Công Nghiệp tiếp tục nghiên cứu và tạo ra một loại thuốc tập hợp mới mang ký hiệu DPO-93. Thuốc DPO-93 đã được thử tuyển ở quy mô bán công nghiệp (kết quả ở bảng 4) và đã đưa ra sản xuất thử công nghiệp với 45 ca chạy liên tục cho ở bảng 5. Từ kết quả thử nghiệm thuốc tập hợp DPO-93 trên dây chuyền pilot và sản xuất 45 ca trong sản xuất công nghiệp cho thấy:

-Thuốc DPO-93 đưa vào thử tuyển trên dây chuyền Pilot của nhà máy tuyển với công nghệ không khử slam cho kết quả khả quan, chế độ công nghệ làm việc ổn định. Kết quả các chỉ tiêu công nghệ thu được về quặng tinh đạt 33.47% hàm lượng P_2O_5 , quặng thải còn có hàm lượng P_2O_5 là 6.24% với các

chỉ tiêu này có thể nói các thông số đạt tương đương với thuốc nước ngoài cả về thu hoạch và thực thu P_2O_5 .

Với kết quả đạt được của thuốc tập hợp DPO-93 khi thử nghiệm trên dây chuyền Pilot, Viện Hoá Học Công nghiệp tiếp tục nghiên cứu, xây dựng dây chuyền Pilot sản xuất 20 tấn thuốc tập hợp và đã tiến hành đưa vào thử tuyển trong sản xuất công nghiệp 15 ca liên tục vào tháng 10 -1996. Kết quả sử dụng thuốc DPO-93 tuyển trong công nghiệp (ở bảng 5) cho thấy có sự khác biệt so với tuyển thử trên dây chuyền Pilot. Đó là hàm lượng quặng tinh đạt yêu cầu thương phẩm 32-33% P_2O_5 nhưng hàm lượng P_2O_5 đuôi thải còn quá cao 8.54%, trong khi đó tuyển ở điều kiện Pilot chỉ là 6.14% P_2O_5 .

Ngoài ra thuốc tập hợp DPO-93 trong sản xuất còn có nhược điểm đó là: Pha PO khó tan, trước khi đưa vào sử dụng phải qua công đoạn đun nóng chảy tại nhà máy. Phần sản xuất DO theo công nghệ oxy hoá parafin được tách ra từ dầu F.O. Việc tách parafin ra khỏi dầu làm cho quá trình sản xuất phức tạp, hiệu suất thấp, đặc biệt là vấn đề chất thải gây ô nhiễm môi trường (thực tế sản xuất cho thấy để đưa 1 tấn sản phẩm DO, thải ra môi trường 3 tấn phế thải chưa kể khí thải).

Tuy nhiên thuốc tuyển DPO-93 của Viện Hoá học Công nghiệp là kết quả của một số công trình nghiên cứu khoa học, loại thuốc này có những ưu điểm đó là: tính tập hợp cao, các thông số kỹ thuật như quặng tinh, quặng đuôi, thực thu và thu hoạch P_2O_5 theo đánh giá của nhà máy tuyển là tương với thuốc tập hợp của Thụy Điển đang sử dụng để sản xuất công nghiệp tại thời điểm đó (năm 1996-1997).

Từ các kết quả đó năm 1998 Viện Hoá học Công nghiệp đã tiếp tục đề nghị với Bộ Công nghiệp và Tổng công ty Hoá chất Việt Nam cho xây dựng dự án sản xuất thử nghiệm thuốc tập hợp DPO-93 với công thức 120 tấn/ năm hoạt chất, chúng tôi xin trình bày kết quả ở phần thứ hai.

Bảng 5: Kết quả sử dụng thuốc DPO – 93 sản xuất 15 ca liên tục trên dây chuyền sản xuất nhà máy năm 1996

TT	Hàm lượng quặng vào (% P ₂ O ₅)	Quặng tinh (%P ₂ O ₅)	Quặng đuôi (%P ₂ O ₅)	Thu hoạch (%P ₂ O ₅)	Thực thu (%P ₂ O ₅)
1	14,38	31,11	9,66	22	47
2	14,29	33,67	8,36	22	51,8
3	15,08	33,12	7,56	29	63,7
4	13,8	33,75	8,31	21,5	52,7
5	14,3	34,26	9,34	19,9	47,6
TB	14,37	33,18	8,64	22,88	52,56

2. Kết quả nghiên cứu KHCN – xây dựng dự án – nghiên cứu phát triển.
Thuốc tập hợp hữu cơ DPO- 93, VH-2K2 và VH-2000 làm thuốc tuyển nổi quặng apatít loại III Lào Cai.

2.1. Kết quả triển khai dự án sản xuất thử nghiệm (dự án cấp P cấp Bộ và Tổng công)- Dự án xây dựng dây chuyền sản xuất thử nghiệm thuốc tuyển DPO- 93 công suất 120 tấn/ năm.

Dự án được thành lập trên cơ sở kết quả nghiên cứu của đề tài KC-06-01 thuộc chương trình KC- 06 “Hoá dầu và vật liệu hoá” (1991- 1995) đã được thử nghiệm trên dây chuyền công suất 20 tấn/ năm và kết quả thử nghiệm

thành công trên dây chuyền tuyển công nghiệp tại nhà máy tuyển quặng Apatít Loại III Lào Cai năm 1996.

- Mục tiêu của dự án: Xây dựng một dây chuyền sản xuất thử nghiệm thuốc tuyển DPO-93 quy mô bán công nghiệp công suất 120 tấn/ năm (100% hoạt chất) nhằm: Hoà thử quy trình công nghệ sản xuất ở quy mô lớn, xác định các thông số kỹ thuật trên cơ sở đó tiến tới lập dự án đầu tư xây dựng một dây chuyền sản xuất thuốc tuyển DPO-93 quy mô công nghiệp, có công suất đáp ứng đủ nhu cầu thuốc tuyển của nhà máy tuyển quặng apatít loại III Lào Cai. Đồng thời sản xuất và cung cấp một sản phẩm DPO-93 đủ để chạy thử tuyển liên tục, dài ngày trên dây chuyền công nghiệp, nhằm hiệu chỉnh các thông số kỹ thuật, công nghệ tuyển, xác lập các chỉ tiêu kinh tế kỹ thuật phù hợp cho tuyển quặng loại III Lào Cai.

- Năm 1998 với sự hỗ trợ kinh phí của Bộ công nghiệp và của Tổng Công ty Hoá chất Việt Nam, Viện Hoá học Công nghiệp đã tự thiết kế chế tạo lắp đặt thành công dây chuyền sản xuất DPO-93 với công suất 120 tấn/ năm (hoạt chất 100%). Với sự cải tiến của hệ thống gia nhiệt bằng điện của dây chuyền 20 tấn/ năm trước đây của dự án thay bằng hệ thống gia nhiệt bằng hơi nước đã cho phép tự động hoá giai đoạn gia nhiệt tạo ra sự ổn định về công nghệ và sản phẩm hạn chế tối thiểu sự cháy nổ trong sản xuất.

Chúng tôi đã tiến hành sản xuất thử 50 tấn thuốc tập hợp DPO- 93A trên dây truyền pilot. Sản phẩm thuốc tập hợp DPO-9A tạo ra có chất lượng tương đương với thuốc tập hợp DPO- 93 nghiên cứu trong phòng thí nghiệm và sản xuất pilot năm 1996 đó là:

DO-93A

- Dạng lỏng màu nâu sẫm.
- Hàm lượng axit béo 42 – 50%
- Chỉ số axit hữu cơ 100 – 125%

PO -93A:

- Dạng hơi đặc màu vàng
- Chỉ số Iod >90
- Chỉ số axit ≥195

Sau khi sản xuất thử nghiệm 50 tấn thuốc tập hợp DPO-93A chúng tôi đã tiến hành nghiên cứu tuyển quặng loại III Lào Cai quy mô vòng kín trong phòng thí nghiệm (xem chi tiết phụ lục số 1) nhằm đánh giá chất lượng thuốc tập hợp và tìm kiếm các điều kiện tối ưu triển khai đưa vào tuyển công nghiệp tại nhà máy tuyển nổi quặng apatit Lào Cai và cho kết quả như sau:

Ngày	Bước vào tuyển %			Sản phẩm %			Thu hoạch (γ)	Thực thu (ε)	Ghi chú
	% rắn	-0,074 mm	P ₂ O ₅ (T)	Q tính P ₂ O ₅	Quặng thải				
					P ₂ O ₅	% rắn			
17.10.99	35,37	68,81	14,75	36,95	6,49	15,20	27,11	67,91	
18.10.99	36,54	76,74	15,27	33,59	8,52	19,04	26,90	59,17	
19.10.99	34,83	79,34	16,08	35,61	7,92	13,52	29,46	65,24	
20.10.99	38,00	65,00	15,06	32,30	7,95	14,00	29,19	62,60	
21.10.99	35,37	71,72	15,15	34,90	8,01	15,41	26,55	61,16	
22.10.99	35,21	81,40	15,39	36,32	8,28	17,91	25,35	59,82	
23.10.99	34,82	81,87	16,48	35,34	8,81	15,65	28,90	61,97	
24.10.99	35,47	78,70	16,36	35,79	9,10	19,54	27,20	59,50	
25.10.99	36,62	84,02	15,95	33,52	8,71	17,62	29,18	61,30	
26.10.99	36,29	82,05	15,53	33,73	9,47	16,21	24,98	54,25	
27.10.99	35,75	80,05	15,35	33,60	10,67	17,2	20,04	43,86	
TB	35,84	77,24	15,57	34,69	8,53	16,46	26,71	59,50	

Trong thời gian sản xuất công nghiệp (11 ngày liên tục) chế độ thuốc tuyển thường xuyên được điều chỉnh trong phạm vi hẹp nhằm ổn định các chỉ tiêu sản phẩm, chế độ thuốc và môi trường được điều chỉnh như sau:

- Chi phí thuốc DPO-93	330 đến 400 gam/tấn quặng III
- Chi phí thủy tinh lỏng	1.000 – 1.200 gam/tấn

- Chi phí xôda (Na_2CO_3) 400 - 500 gam/tấn

- Năng suất quặng III vào tuyển từ 90 - 95 T/giờ

Kết quả thuốc tập hợp DPO - 93A (được sản xuất thử nghiệm trên dây chuyền Pilot 120 tấn/ năm năm 1998) để sản xuất công nghiệp cho thấy:

Thuốc tập hợp DPO - 93A có tính tập hợp và chọn lọc tương đương với thuốc DPO - 93 sản xuất thử công nghiệp năm 1996. Đặc biệt là quặng tinh thải có hàm lượng P_2O_5 tương đương nhau. Tuy vậy năm 1999 khi sản xuất công nghiệp năng xuất quặng III đưa vào tuyển cao hơn hẳn (năm 1996 là 75 tấn/ giờ và năm 1999 quặng 3 tuyển là 90 - 95 tấn/ giờ). Vì vậy năm 1999 trong quá trình sản xuất công nghiệp bột bị tràn ra các khoang máy, gây cản trở cho việc vận hành công nghệ.

Trong một số chỉ tiêu đạt được so với năm 1996, nhưng so sánh tại thời điểm này thuốc tuyển của Thụy Điển đã có những bước cải tiến đột phá quan trọng họ đã tạo ra mã số thuốc mới đó là tập hợp MD-20245 có tính tập hợp và chọn lọc hơn hẳn chính bản thân thuốc của họ vào năm 1996. So sánh thuốc tập hợp DPO-93 của viện hoá học Công nghiệp và thuốc MD-20245 ta thấy:

- Về quặng hàm lượng P_2O_5 hai loại thuốc này đều tương đương nhau (hàm lượng $\text{P}_2\text{O}_5 > 33\%$)

- Về quặng thải hàm lượng khi dùng tuyển MD-20245 khi từ 6 - 6,5% (năm 1996 là $> 8\%$). Khi dùng thuốc DPO - 93A khoảng từ 8 - 8,5% (tương tự

kết quả năm 1996). Như vậy quặng thải khi dùng thuốc DPO - 93A có hàm lượng cao hơn 2 đến 2,5% P_2O_5 .

- Tính chất bột khi dùng DPO - 93A bộc lộ nhược điểm đáng kể đó là: Bột giai khó vỡ, biên độ điều chỉnh hẹp, tính tập hợp kém và theo kết luận của nhà máy là không phù hợp với công nghệ tuyển hiện nay khi không tách tầng sót và không khử slam

- Thu hoạch của nhà máy khi dùng thuốc DPO - 93A chỉ đạt được 26 - 27%(thuốc của Thụy Điển là 30%) thực thu P_2O_5 thấp chỉ đạt khoảng 60% (thuốc Thụy Điển đạt hơn 70%)

Với kết quả nêu trên Công ty Apatit Việt Nam đã đề nghị được đưa vào sản xuất thuốc tập hợp DPO - 93A, đồng thời đề nghị Viện tiếp tục tổ chức nghiên cứu nhằm nâng cao chất lượng sản phẩm để không ảnh hưởng tới hiệu quả kinh tế của nhà máy, mặt khác Công ty Apatit và Viện Hoá học Công nghiệp đã đồng ý đưa vào phối hợp trộn với thuốc MD-20245 của Thụy Điển số lượng thuốc mà Viện đã sản xuất

2.2. Kết quả nghiên cứu phát triển thuốc tập hợp hữu cơ VH- 2K2 và VH- 2000 để tuyển nổi quặng apatit loại III Lào Cai

Như đã trình bày ở trên, do việc sử dụng thuốc tập hợp DPO-93A vào sản xuất công nghiệp không đạt các chỉ tiêu kinh tế kỹ thuật của nhà máy, nhà máy đã yêu cầu viện Hoá học Công Nghiệp không sản xuất DPO-93 mà phải nghiên cứu cải tiến tiếp xuất phát từ nhu cầu bức xúc của nhà máy, Viện Hoá học Công nghiệp đã tạm dừng sản xuất khắc phục tập hợp DPO-93 và đã tiến hành tổ chức nâng cao chất lượng sản phẩm tạo khả năng cạnh tranh với thuốc ngoại.

Nội dung nghiên cứu phát triển, nghiên cứu cải tiến tạo ra bước đột phá về mặt công nghệ và sản phẩm tập hợp VH- 2K2 và VH- 2000 bao gồm những nội dung sau:

1. Nghiên cứu chế tạo thuốc tính tập hợp ở dạng hữu cơ DPO - 93 để tuyển nổi quặng Apatit loại III Lào Cai từ nguyên liệu Paraphin lỏng tách ra từ đầu diêngn(đề tài cấp bộ).

2. Nghiên cứu cải tiến tính tan của thuốc tuyển DPO - 93 (đề tài cấp Tổng công ty)

3. Nghiên cứu công nghệ sản xuất axit béo từ nguồn dầu thực vật công nghiệp và phế thải công nghiệp làm thuốc tuyển quặng Apatit loại III Lao Cai (đề tài cấp Bộ).

4. Nghiên cứu nâng cao chất lượng thuốc tuyển quặng Apatit loại Lào Cai (đề tài nghiên cứu cấp Tổng Công ty)

5. Nghiên cứu hoàn thiện công nghệ sản xuất và nâng cao chất lượng thuốc tuyển quặng Apatit loại III Lào Cai (đề tài Tổng Công ty 2002, 2003)

6. Nghiên cứu công nghệ chế tạo chất hoạt động bề mặt Flotol 7-9

7. Nghiên cứu thành công, công nghệ phối hợp trộn tạo ra từ thuốc tuyển quặng VH - 2K2 và VH - 2000 có tính chọn lọc và tập hợp cao, phù hợp với công nghệ tuyển hiện nay.

8. Nghiên cứu công nghệ sản xuất và phối chế thuốc tuyển VH-2003

Thực tế những năm qua, trong quá trình sản xuất và cung cấp thuốc tuyển cho nhà máy tuyển quặng Apatit Lào cai, chúng ta luôn phải đối mặt với sự cạnh tranh khá gay gắt từ phía các công ty cung cấp thuốc tuyển nước ngoài như: Thụy điển, Anh quốc v.v.... đặc biệt là hãng AKZONOBEN của Thụy điển. Hãng này không ngừng cải tiến và đưa ra những thuốc tuyển thế hệ mới, từ thuốc tuyển MD-20245, MD-20370, ATRAC1502NY. ATRAC1502NY cải tiến. Các thuốc tuyển loại sau có những tính năng ưu việt hơn so với thuốc tuyển loại trước cả về hiệu quả tuyển nổi cũng như về các chỉ tiêu kinh tế nhằm cạnh tranh với thuốc tuyển nội.

Để cạnh tranh với thuốc tuyển nhập ngoại cũng như nâng cao và ổn định chất lượng thuốc tuyển nội, trong những năm qua, dưới sự chỉ đạo và hỗ

trợ về tài chính của Tổng công ty Hóa chất Việt nam, Viện hóa học Công nghiệp đã liên tục nghiên cứu để đưa ra những thuốc tuyển thế hệ mới. Từ thuốc tuyển ban đầu như DPO-93, DPO-93A, CH-80, VH-2K, VH-2K2 đến VH-2000. Với chất lượng liên tục được cải thiện, các loại thuốc tuyển này luôn cạnh tranh có hiệu quả với các thuốc tuyển nhập ngoại, đáp ứng các chỉ tiêu công nghệ tuyển cũng như các chỉ tiêu kinh tế trong thực tế sản xuất tại nhà máy tuyển Apatit Lào cai. Tuy đạt được những kết quả khả quan như vậy, nhưng Viện hóa học Công nghiệp vẫn không dừng lại ở đó mà tiếp tục nghiên cứu cải tiến nâng cao chất lượng thuốc tuyển để phù hợp với điều kiện tuyển tại nhà máy cũng như với tính chất của quặng 3 vào tuyển đồng thời chuẩn bị cho sự cạnh tranh với các thế hệ thuốc tuyển mới có thể có của hãng AKZONOBEN.

Tháng 03 năm 2004, hãng AKZONOBEN đã đưa sang chào hàng loại thuốc tuyển thế hệ mới có ký hiệu thương mại là ATRAC1502NY với số lượng 03 tấn để thử nghiệm trên dây chuyền tuyển công nghiệp. Ngoài ra, hãng này còn đưa thêm hai mẫu thuốc tuyển có ký hiệu là MD-20474 và MD-20475 để thử nghiệm trong phòng thí nghiệm. Các loại thuốc tuyển này được quảng cáo là có tính khả tuyển cao hơn hẳn, trong khi đó chi phí thuốc tuyển thấp hơn loại thuốc tuyển MD₂₀₃₇₀ của Thụy Điển hiện đang sử dụng tại nhà máy tuyển quặng apatit Lào Cai. Trước tình hình đó, dựa trên kết quả của những nghiên cứu cải tiến thuốc tuyển thường xuyên, Viện hoá học Công nghiệp đã nghiên cứu thử nghiệm những mẫu thuốc tuyển mới:

Các mẫu thuốc tuyển được ký hiệu là: VH2003/M1, VH2003/M2, VH2003/M3, VH2003/M4, VH2003/M5

a-Thử nghiệm tuyển sơ bộ tại phòng thí nghiệm Viện Hóa học CN

Quặng đầu vào có hàm lượng $P_2O_5 = 16,85\%$.

Máy tuyển 0,75l

Điều kiện thí nghiệm:

Thủy tinh lỏng: 600g/tấn.

Sô đa: 300 g/tấn.

Thuốc tập hợp: 250g/tấn.

(Mỗi mẫu thí nghiệm được lặp lại 03 lần, kết quả lấy trung bình)

TT	Kí hiệu mẫu	Sản phẩm	$\beta(\%P_2O_5)$	Thu hoạch(%)	Thực thu(%)
1	MD1502NY	Quặng tinh	28,13	47,63	79,52
		Quặng thải	6,59	52,37	
2	MD20370	Quặng tinh	32,67	29,50	57,21
		Quặng thải	10,23	70,50	
3	VH2000	Quặng tinh	32,25	30,25	57,90
		Quặng thải	10,17	69,75	
4	VH2003/M1	Quặng tinh	30,35	37,84	68,17
		Quặng thải	8,63	62,16	
5	VH2003/M2	Quặng tinh	30,97	37,74	69,37
		Quặng thải	8,29	62,26	
6	VH2003/M3	Quặng tinh	28,05	47,64	79,30
		Quặng thải	6,66	52,36	
7	VH2003/M4	Quặng tinh	30,67	38,33	69,77
		Quặng thải	8,26	61,67	
8	VH2003/M5	Quặng tinh	29,99	40,05	71,29
		Quặng thải	8,07	59,95	

Từ kết quả tuyển thử chúng tôi đã cho ra được mẫu thuốc tuyển mới gần tương đương với mẫu thuốc tuyển tốt nhất của Thụy Điển MD1502NY, đó là mẫu VH2003/M3. Chúng tôi ký hiệu mẫu này là VH2003 và tiếp tục thử tuyển tại nhà máy tuyển Apatit Lao Cai để có cùng điều kiện tuyển như công nghiệp về quặng và nước.

Thí nghiệm tuyển nổi vòng hở được thực hiện trên máy tuyển nổi 3l: 3 tuyển tinh, 1 tuyển vớt.

Điều kiện thí nghiệm:

Thủy tinh lỏng: 600g/tấn.

Sô đa: 300 g/tấn.

Thuốc tập hợp: 300g/tấn.

Kí hiệu mẫu	Sản phẩm	Trọng lượng (g)	Hàm lượng (%P ₂ O ₅)
VH2003	Quặng tinh	194,2	34,42
	Quặng thải	381	5,32
	Trung gian 1	89	17,35
	Trung gian 2	80,6	22,95
	Trung gian 3	24,5	25,16
	Bọt vớt	25,5	24,14
	CỘNG	794,8	

Từ kết quả thí nghiệm: Quặng tinh có hàm lượng 34,42% P₂O₅, quặng thải 5,32% P₂O₅, thu hoạch quặng tinh 40,93%, thực thu 81,76% cho thấy đây là loại thuốc tập hợp có tính khả tuyển cao, có thể áp dụng trực tiếp vào sản xuất công nghiệp tại nhà máy tuyển, chính vì vậy chúng tôi đã tiến hành thử nghiệm thuốc tuyển VH-2003 này trong công nghiệp.

10. Nghiên cứu công nghệ sản xuất và phối chế thuốc tuyền VH-2004.(xem mục III.2.6 ở trên)
11. Lựa chọn phương pháp phân tích và xây dựng tiêu chuẩn chất lượng sản phẩm (phụ lục 13)

VI- TÀI CHÍNH.

PHÂN TÍCH TÀI CHÍNH

Sản lượng 70 tấn

STT	Diễn giải nội dung	Tổng số chi phí	Chi phí cho 1 tấn SP
A	C hi phí sản xuất		
1	Chi phí nguyên liệu chính	2,134,529,064	30,493,272
2	Bao bì		0
3	Năng lượng (Than ,Điện,Nớc)	38,993,955	557,057
4	Chi phí lao động(long , BHXH, thuê khoán)	355,590,000	5,079,857
5	Khấu hao công nghệ, MMTB...	181,111,413	2,587,306
	-Máy móc thiết bị (Tính 6 năm, khi SX với công xuất 500 tấn năm)	101,504,695	1,450,067
	- Nhà xưởng tính 10 năm, khi SX đủ công xuất 500tấn năm)	37,037,187	529,103
	- Công nghệ tính 3 năm, khi SX đủ công xuất 500tấn năm)	42,569,531	608,136
6	Chi phí khác(Sửa chữa MMTB, bảo hộ lao động, bán hàng, quản lý chung ...)	174,146,798	2,487,811
	Tổng cộng (A)	2,884,371,230	41,205,303
B	Tính toán hiệu quả		
	Giá bán không thuế	3,220,000,000	46,000,000
	Giá vốn hàng bán	3,134,430,552	41,205,303
	Thu nhập trước thuế	85,569,448	4,794,697
	Thuế thu nhập DN	23,959,445	1,342,515
	Lợi nhuận sau thuế	61,610,003	3,452,182

Khả năng thu hồi vốn (tính khi SX đủ theo công xuất 500 tấn năm dùng nguồn khấu hao và

lợi nhuận sau thuế để hoàn vốn) thì thời gian thu hồi là 2,6 năm

$$7.907.918.822/500*(2.587.306 + 3.452.182)$$

TỔNG VỐN ĐẦU TƯ

TT	Nguồn vốn	Tổng cộng	Trong đó								
			Vốn cố định				Vốn lưu động				
			Thiết bị máy móc	Hoàn thiện công nghệ	Xây dựng cơ bản	Tổng vốn cố định	Lương thuê khoán	Nguyên liệu năng lượng	K/ hao công nghệ, TBi, nhà xưởng	Chi phí khác	Tổng vốn lưu động
1	Ngân sách SNKH					0					0
	Dự toán	3,800,000,000	1,940,000,000	935,000,000	0	2,875,000,000	30,000,000	420,000,000		475,000,000	925,000,000
	Thực tế	3,800,000,000	1,993,680,008	896,204,240	0	2,889,884,248	30,000,000	416,450,000		463,665,752	910,115,752
2	Vốn khác					0					0
	Dự toán	7,223,000,000	2,630,000,000	420,000,000	1,374,000,000	4,424,000,000	543,000,000	1,782,000,000	374,000,000	100,000,000	2,799,000,000
	Thực tế	4,893,914,587	1,043,144,343	16,000,000	1,377,227,689	2,436,372,032	355,590,000	1,757,073,019	181,111,413	163,768,123	2,457,542,555
2	Vốn tự có của cơ sở					0					0
	Dự toán	4,094,000,000	2,797,000,000	0	1,297,000,000	4,094,000,000	0	0	0	0	0
	Thực tế	2,581,662,542	1,313,376,874	0	1,268,285,668	2,581,662,542	0	0	0	0	0
4	Tổng số					0					0
	Dự toán	15,117,000,000	7,367,000,000	1,355,000,000	2,671,000,000	11,393,000,000	573,000,000	2,202,000,000	374,000,000	575,000,000	3,724,000,000
	Thực tế	11,275,577,129	4,350,201,225	912,204,240	2,645,513,357	7,907,918,822	385,590,000	2,173,523,019	181,111,413	627,433,875	3,367,658,307

Ghi chú:

Bảng 1: Chi tiết chi phí nguyên liệu năng lượng cho sản xuất 70 tấn thuốc tuyến

Bảng 2: Chi phí lao động

Bảng 3: Đầu tư cơ sở hạ tầng

Bảng 7 Chi phí khác cho dự án

Bảng 4 Chi phí hoàn thiện công nghệ và đào tạo

Bảng 5 Khấu hao thiết bị nhà xưởng

Bảng 6 Chi phí máy móc thiết bị

CHI TIẾT CHI PHÍ NGUYÊN LIỆU NĂNG LƯỢNG CHO SẢN XUẤT 70 TẤN THUỐC TUYẾN

Bảng 1

Số TT	Diễn giải	Đơn vị tính	Số lượng	Đơn giá	Giá trị	Đ/mc cho 1 tấn Sản phẩm	Chi phí nguyên liệu cho 1 tấn SP
A	Chi phí nguyên liệu						
1	Paraphin	kg	15,750	16,188	254,961,000	225	3,642,300
2	Dầu động ,thực vật các loại	kg	38,080	14,770	562,441,600	544	8,034,880
3	Axít	kg	13,370	2,036	27,221,320	191	388,876
4	Muối	kg	10,360	805	8,339,800	148	119,140
5	Xút	kg	9,030	5,488	49,556,640	129	707,952
6	Phụ gia các loại	kg	23,376	52,704	1,232,008,704	334	17,600,124
	Cộng chi phí nguyên liệu				2,134,529,064		30,493,272
B	Chi phí năng lượng						
1	Than các loại	kg	27615	837	23,113,755	395	330,197
2	Điện	Kw/h	10781	1200	12,937,200	154	184,817
3	Nước	m	981	3000	2,943,000	14	42,043
	Cộng chi phí năng lượng				38,993,955		557,057
	Tổng cộng chi phí nguyên liệu, năng lượng				2,173,523,019	0	31,050,329

CHI PHÍ LAO ĐỘNG

(Tính cho 70 tấn sản phẩm chấy thử trong thời gian 3 tháng để ổn định công nghệ)

Bảng 2

TT	Diễn giải	Số người	Số tháng	Chi phí người/tháng	Thành tiền	Nguồn tài chính	
						Ngân sách SNKH	Nguồn khác
I	Lương, phụ cấp, BHXH, hợp đồng thuê khoán						
a	Phụ cấp Chủ nhiệm dự	1	24	150,000	3,600,000	3,600,000	
b	Kỹ s. nhân viên kỹ thuật, quản lý	22	3	2,975,000	196,350,000	26,400,000	169,950,000
c	Công nhân sản xuất	26	3	2,380,000	185,640,000		185,640,000
	Cộng chi phí lao động				385,590,000	30,000,000	355,590,000

ĐẦU TƯ CƠ SỞ HẠ TẦNG

Bảng 3

TT	Tên hạng mục	Tổng số	Nguồn tài chính	
			Ngân sách SNKH	Nguồn khác
I	Nhà xưởng sẵn có			
1	Nhà thí nghiệm cỡ lớn (Giá trị đến 31/12/2001)	1,108,662,760		
2	Nhà kho nguyên liệu(Giá trị còn lại đến 31/12/2001	159,622,908		
II	Đầu tư mới và sửa chữa			
1	Sửa chữa nhà kho (mục 117-09) khu vực cầu diên (PC990 28/11/03)	203,756,454		203,756,454
3	Sửa chữa toàn bộ nhà xưởng số 3	1,173,471,235		1,173,471,235
	Cộng chi phí đầu tư cơ sở hạ tầng	2,645,513,357	0	1,377,227,689

2

Bảng 4

—

KHẤU HAO THIẾT BỊ NHÀ XƯỞNG

Tính cho 70 tấn

Bảng 5

TT	Diễn giải	Giá trị đầu t	Số tiền tính khấu hao 1 năm	Khấu hao phải tính cho 1 tấn SP	Khấu hao tính cho 70 tấn SP
1	KH thiết bị: Tính trên tổng vốn đầu tư cho máy móc thiết bị Khấu hao trong 6 năm công suất 500 tấn/ năm	4,350,201,225	725,033,538	1,450,067	101,504,695
2	KH công nghệ: Tính trên tổng vốn d/t cho c/phí hoàn thiện CN và ĐT Khấu hao trong 3 năm công suất 500 tấn SP/ năm	912,204,240	304,068,080	608,136	42,569,531
3	KH nhà xưởng: Tính trên tổng vốn đầu tư cho cơ sở hạ tầng Khấu hao trong 10 năm công suất 500 tấn SP/ năm	2,645,513,357	264,551,336	529,103	37,037,187
Tổng cộng:		7,907,918,822	1,293,652,953	2,587,306	181,111,413

CHI PHÍ MÁY MÓC THIẾT BỊ

Bảng
6

TT	Tên thiết bị	Đơn vị tính	Số l.g	Đơn giá	Thành tiền	Nguồn tài chính			
						Từ ngân sách SNKH		Từ các nguồn khác	
						Số l.g	Thành tiền	Số l.g	Thành tiền
1	2	3		4	5	6			
	I Thiết bị công nghệ								
	A. Thiết bị hiện có (Giá trị còn lại)								
cc	Dây truyền sản xuất thuốc tuyền 150 tấn /năm	Dây chuyền	1		470,158,474				
2	Thiết bị xác định độ tạo bọt SYP3006	cái	1		85,950,000				
3	Máy đo sức căng bề mặt K10ST	cái	1		155,917,600				
4	Máy đo độ cứng các loại hạt 93954-57	cái	1		25,785,000				
5	Xe nâng hàng	Cái	1		221,133,000				
6	Thiết bị chng cắt phân đoạn chân không HMS 500CP	cái	1		354,432,800				
	Cộng A:				1,313,376,874				
	B. Thiết bị mới bổ xung								
1	Thiết bị xà phòng hoá HĐ 399 ngày 30/7/03; HĐ 0034133 ngày 20/4/04	cái	4		104,400,000		104,400,000		
	Thiết bị xà phòng hoá				33,400,000		33,400,000		
	Hệ thống giá đỡ mô tơ trục khuấy (Cty môi trường công nghệ) HĐ614(18/8/04; HĐ ở PC 955(18/8/04)				14,095,238		14,095,238		

	Sàn thao tác cho TB xà phòng hóa(Cty cổ phần áp lực ĐAnh) HĐ216 (23/4/04); HĐ 0072383 (13/12/04)				315,238,095		244,077,595		71,160,500
2	Thùng chứa(Cty cổ phần áp lực ĐAnh) HĐ754(12/12/03; HĐ 0034144(19/5/04)				61,671,428		61,671,428		
3	Thùng chứa (ô Đồng) PC 328 (14/5/04; PC 1135 (31/12/03)				60,913,975		60,913,975		
4	Thùng chứa(Cty môi trường công nghệ) HĐ755(12/12/03; HĐ0013453(19/5/04)				68,936,000		68,936,000		
5	Thùng chứa(Cty môi trường công nghệ) HĐ519(29/7/04; HĐ ở PC 955(28/9/04)				45,618,000		45,618,000		
6	Thùng chứa (03 téc ô Huy mua)				34,666,666		34,666,666		
7	Tháp oxy hoá (Cty cổ phần nổi hơi) HĐ 182 (10/11/03); HĐ 0034145 (19/5/04)				104,141,905		104,141,905		
8	Hệ thiết bị gia nhiệt(Cty cổ phần áp lực ĐAnh) HĐ 27(2/8/04); HĐ 0072385 (13/12/04)				40,857,143		40,857,143		
9	Lò đốt khí thải (ô Chí - PC931 (23/9/04)				9,817,000		9,817,000		
	Nhà lò đốt khí thải(ô Khúc Hải Nam) HĐ 508 (14/7/04);PC977 (30/9/04)				16,580,000		16,580,000		
	Phụ kiện lò đốt khí thải (ô Đức)				18,950,649		18,950,649		
	Điện cho nhà thuốc tuyến PX13E ở PC1213 HT quý 4 (31/12/04)				17,772,940		17,772,940		
	Bể khử bụi (PC464; 538;1312)				16,755,577		16,755,577		
10	Thiết bị ngưng tụ, tách khí nước(Cty môi trường công nghệ); HĐ389; HĐ 0013482 (26/7/04)				24,881,000		24,881,000		

11	Bơm hoá chất (3bơm, 1 quạt, ô Vinh PC681(30/7) HĐ0046573(14/7/04); HĐ003295(14/7/04; HĐ0039033(28/7)				23,105,000		23,105,000		
12	Máy bơm (ô Vinh mua lẻ); PC519(25/6/04)				72,876,691		72,876,691		
13	Bơm axit khớp nối				25,466,900		25,466,900		
14	Van, phụ kiện ô Huy mua PC 843 (31/8); HĐ 0032948(5/7/04) HĐ 0028307617 Cty TNHH Phúc Minh				46,270,000		46,270,000		
15	Đồng ống công nghệ (Cty cổ phần áp lực ĐAnh) HĐ526 (29/7/04); HĐ 0072384 (13/12/04)				373,193,333		373,193,333		
16	Đồng ống hơi (Cty cổ phần áp lực ĐAnh) HĐ495(6/7/04); HĐ 00022387(11/4/04)				364,493,333		364,493,333		
17	Điện động lực và điều khiển(Viện cơ điện nông nghiệp)				120,000,000		72,839,635		47,160,365
18	Máy nén khí				428,182,857				428,182,857
19	Chế tạo bình khí nén				26,571,429				26,571,429
20	Móng sàn thao tác(Cty Tây hồ) HĐ79(27/2/04); HĐ0063852(22/4/04)				44,545,455				44,545,455
21	Nồi hơi (Cty cổ phần áp lực ĐAnh) HĐ 579 (1/10/03; HĐ 0034146				425,523,809				425,523,809
22	Thiết bị thí nghiệm (HĐ: 0049676 ngày 27/12/2004)				97,900,000		97,900,000		
Cộng B:					3,036,824,423		1,993,680,008		1,043,144,415
Tổng cộng (A+B):					4,350,201,297		1,993,680,008		1,043,144,415

CHI PHÍ KHÁC CHO DỰ ÁN

Bảng 7

TT	Diễn giải nội dung	Thành tiền	Nguồn tài chính Ngân sách SNKH	Khác
1	Công tác phí	10,000,000	10,000,000	
2	Quản lý chung	116,600,000	20,000,000	96,600,000
3	Đoàn ra ký hợp đồng, kiểm tra thiết kế	288,665,752	288,665,752	
	thanh quyết toán hợp đồng, trao đổi			
	kinh nghiệm (3 đoàn)			
4	Thuê chuyên gia trong nước chỉ đạo	125,000,000	125,000,000	
	lắp đặt			
5	Chi phí kiểm tra nghiệm thu	15,000,000	15,000,000	
6	Chi phí khác cho thực hiện dự án	5,000,000	5,000,000	
7	Chi phí khác cho SX thử (Bồi dưỡng độc hại, Bảo hộ lao động ,	67,168,123		67,168,123
	sửa chữa nhỏ khác...)			
	Cộng chi phí khác	627,433,875	463,665,752	163,768,123

VII- ĐÁNH GIÁ HIỆU QUẢ KINH TẾ CỦA DỰ ÁN

+ Kinh phí thực hiện dự án là 11 tỷ 275 triệu đồng, trong đó từ ngân sách sự nghiệp khoa học là 3 tỷ 800 triệu đồng; các nguồn vốn khác là 7 tỷ 475 triệu đồng. Kinh phí thu hồi là 2 tỷ 649 triệu đồng (bằng 70% giá trị hợp đồng). Khả năng hoàn vốn là hiện thực.

+ Nhờ có thuốc tuyển nội của Viện Hóa học Công nghiệp đã góp phần làm giảm giá thuốc tuyển ngoại. Lấy bình quân giảm 1USD/kg thì mỗi năm Nhà máy Tuyển quặng Apatit Lào Cai đã tiết kiệm được 3,2 tỷ đồng/400 tấn MD20245. Vào năm 2006 khi toàn bộ nhà máy đưa vào sản xuất công suất 100% phục vụ cho sản xuất DAP, công suất sẽ lên 1000.000 tấn quặng tinh/năm, như vậy sẽ tiết kiệm được nhiều tỷ đồng.

+ Dùng thuốc tuyển nội đã giảm được chỉ tiêu tiêu hao thuốc 25%, cộng với hàm lượng quặng thải giảm khoảng 1÷1,2% sẽ làm tăng tỷ lệ quặng thu hoạch có hàm lượng oxit photpho cao hơn, sản lượng quặng tuyển sẽ tăng lên, chi phí tuyển quặng sẽ giảm xuống.

+ Dự án đã đem lại hiệu quả đầu tư từ 32 tỷ đồng (dự án của Liên Xô trước đây) nay chỉ hơn 5 tỷ đồng (gần 20%). Tính đến thời điểm này, sản xuất thuốc tuyển của Viện chúng tôi bắt đầu có lãi, tăng nguồn thu cho Viện, cải thiện đời sống của cán bộ công nhân viên, tăng nguồn thu cho Nhà nước (qua thuế). Khả năng hoàn trả vốn vay là hiện thực.

VIII- KẾT LUẬN VÀ KIẾN NGHỊ

Trong chiến lược phát triển ngành sản xuất phân bón và nguyên liệu để sản xuất phân bón của Tổng Công ty Hóa chất Việt Nam và Bộ Công nghiệp, nhu cầu về quặng tuyển Apatit loại III Lào Cai ngày càng tăng. Với chủ trương của chính phủ, nhu cầu loại quặng tuyển này là rất lớn trong những năm tới, đặc biệt là khi dự án sản xuất DAP của Nhà nước đi vào hoạt động. Vì vậy, việc sản xuất thuốc tuyển để tuyển quặng Apatit loại III Lào Cai là rất cần thiết, một nấc đáp ứng nhu cầu của sản xuất trước mắt, mặt khác góp phần to lớn vào việc giảm nhập khẩu, tiết kiệm ngoại tệ cho đất nước.

Dự án “*Ứng dụng công nghệ sản xuất thuốc tuyển quặng Apatit loại III Lào Cai trên cơ sở oxy hóa parafin*” được thực hiện tại Viện Hóa học Công nghiệp nhằm đáp ứng mục tiêu đó.

Sau hai năm tập trung nhân lực và trí tuệ, với sự cố gắng nỗ lực cao của tập thể cán bộ Viện Hóa học công nghiệp, Dự án đã đạt được những kết quả chính sau đây:

1. Đã hoàn thành được tất cả mục tiêu của Dự án, đó là: Tiếp thu công nghệ của Liên bang Nga trong lĩnh vực oxy hóa parafin nhằm làm chủ quá trình oxy hóa, nâng cao hiệu suất phản ứng. Trên cơ sở sản phẩm của quá trình oxy hóa parafin đã xây dựng xưởng sản xuất thuốc tuyển quặng Apatit loại III Lào Cai công suất 500 tấn/năm (100% hoạt chất), tạo ra sản phẩm có chất lượng và có khả năng cạnh tranh cao.
2. Đã thiết kế, chế tạo, lắp đặt hệ thống thiết bị sản xuất DO hệ thống thiết bị sản xuất PO, thiết bị phối chế sản phẩm cuối cùng và toàn bộ hệ thống thiết bị phụ trợ (như máy nén, nồi hơi, lò đốt khí thải, bể xử lý nước thải, thùng lắng tách, bể chứa nguyên liệu, hệ thống điều khiển điện tử...) cùng toàn bộ dây chuyền được lắp đặt liên hoàn, khép kín, đồng bộ. Dây chuyền thiết bị đã lắp đặt xong đạt quy mô một dây chuyền sản xuất công nghiệp và hiện đại.

3. Sau khi dây chuyền thiết bị lắp đặt xong, đã sản xuất được trên 70 tấn thuốc tuyền và đã đưa vào tuyền công nghiệp tại Nhà máy tuyền – Công ty Apatit Việt Nam tháng 11/2004.
4. Kết quả tuyền sơ bộ và tuyền vòng kín tại phòng thí nghiệm và đặc biệt là kết quả tuyền công nghiệp cho thấy: Hàm lượng P_2O_5 quặng tinh đạt trên 32%, hàm lượng P_2O_5 quặng thải 4,9%, thu hoạch đạt 33,9% và thực thu đạt 69%. Các chỉ số này nằm ở mức cao có thể đánh giá chất lượng khả tuyền và tốt hơn khi so sánh với thuốc tuyền nhập ngoại.
5. Tổng đầu tư của Dự án là 11,2 tỷ đồng, trong đó nguồn vốn ngân sách sự nghiệp khoa học hỗ trợ là 3,8 tỷ đồng. Mọi chi phí tài chính được thực hiện đúng quy trình quản lý, hợp lý và đúng quy định của Nhà nước.
6. Trong quá trình thực hiện Dự án đã đăng 04 bài báo, đào tạo 05 thạc sỹ, 05 kỹ sư. Hiện đang đào tạo 01 tiến sỹ.
7. Đã nộp hồ sơ gửi Cục Sở hữu trí tuệ, Bộ Khoa học và Công nghệ về yêu cầu bảo hộ một giải pháp kỹ thuật hữu ích

Để dự án tiếp tục phát huy hiệu quả đầu tư, chúng tôi kiến nghị:

- Các cơ quan, bộ, ngành tiếp tục hỗ trợ bằng cách giao nhiệm vụ có tính chất pháp lệnh hàng năm cho Viện Hóa học công nghiệp tổ chức sản xuất thuốc tuyền cung cấp cho Công ty Apatit Việt Nam.
- Kính đề nghị Bộ Khoa học và Công nghệ, Bộ Công nghiệp và Tổng Công ty Hóa chất Việt Nam tiếp tục hỗ trợ một phần kinh phí nghiêm cứu nâng cao chất lượng thuốc tuyền để đảm bảo khả năng cạnh tranh tiếp theo.
- Đề nghị với Nhà nước có chính sách thuế ưu đãi với sản phẩm nghiên cứu khoa học mới (như sản phẩm thuốc tuyền của Dự án) và có cơ chế cho vay vốn với lãi suất thấp để hỗ trợ sản xuất sản phẩm mới phát triển.