

# THUỐC TẬP HỢP HỮU CƠ VII-2000 VÀ ỨNG DỤNG ĐỂ TUYỂN QUẶNG APATIT LOẠI III - LÀO CAI

Mai Ngọc Chúc, Phạm Thế Trinh,  
Hà Văn Vợi, Bùi Đăng Học, Hoàng Văn Hoàn  
Viện Hóa học Công nghiệp

## ABSTRACT

*Collecting compound for floatation of the third sort Laokai apatite was prepared from mixture, which is obtained from directly oxidation of n-paraffine a. o... Collecting ability of prepared collecting compound VH2000 in comparison with the imported ones was studied by test on pure mineral. Research into its properties was carried out in laboratory as well as in pilot of floatation Laokai. It was found, that this compound can be used in floatation of the third sort Laokai apatite instead of imported collecting compounds.*

## 1. ĐẶT VẤN ĐỀ

Hiện nay, ngành nông nghiệp nước ta có nhu cầu tiêu thụ hàng năm hơn 1 triệu tấn phân lân. Nguồn nguyên liệu quan trọng nhất để sản xuất phân lân là quặng Apatit sau tuyển với hàm lượng  $P_2O_5 \geq 32\%$ . Nhu cầu về quặng tuyển cho ngành sản xuất phân bón sẽ tăng nhanh trong những năm tới. Hiện tại, công suất của Nhà máy Tuyển quặng Apatit đạt cỡ 280.000 ÷ 300.000 tấn quặng tinh/năm. Theo kế hoạch sản xuất của Tổng Công ty Hóa chất Việt Nam, công suất của Nhà máy Tuyển quặng sẽ được nâng lên 7000.000 ÷ 800.000 tấn quặng tinh/năm trong tương lai. Do vậy, nhu cầu về thuốc tập hợp hữu cơ (gọi tắt là thuốc tuyển) trong những năm tới sẽ đến cỡ 900 ÷ 1.000 tấn.

Trước năm 2000, phần lớn lượng thuốc tuyển phải nhập ngoại, chủ yếu là từ Thụy Điển. Với kết quả nghiên cứu của đề tài cấp Nhà nước KC06-01, năm 1999 Viện Hóa học Công nghiệp đã triển khai cung cấp cho công ty Apatit — Lào Cai 70 tấn thuốc, ký hiệu VII2K<sub>2</sub>, bắt đầu thay thế dần dần thuốc tuyển MD<sub>20245</sub> của Thụy Điển. Sự ra đời của thuốc tập hợp VII2K<sub>2</sub> là một thành công lớn, song cũng trải qua một giai đoạn nghiên cứu phát triển công nghệ rất khó khăn nhằm cải thiện hoàn toàn tính khả tuyển của thuốc tập hợp DPO-93 (sản phẩm của năm 1993). Trên cơ sở của DPO-93, kết quả nghiên cứu đã cho ra đời một loạt sản phẩm thuốc tuyển đã cải tiến, với ký hiệu: DPO-96, DPO-01, DPO-99, M<sub>5</sub>, CH<sub>97</sub>, VII2K, VII2K<sub>1</sub>, VII2K<sub>2</sub>, VH2000. Đến nay, thuốc tập hợp VH2000 đã đạt được những chỉ tiêu chất lượng và tính khả tuyển tương đương với loại thuốc mới nhất của Thụy Điển (MD20379) và có một số điểm ưu việt hơn loại thuốc cũ MD20245.

Bài báo này chỉ tập trung giới thiệu về thuốc tập hợp VH2000 do Viện Hóa học Công nghiệp chế tạo ra, và ứng dụng của thuốc VH2000 vào dây chuyền tuyển công nghiệp

## 2. PHẦN THỰC NGHIỆM

### 2.1. Nguyên liệu:

Thuốc tập hợp được chế tạo từ các thành phần chính là DO, PO và các loại phụ gia. Nguyên liệu để sản xuất DO là n-parafin, có nhiệt độ sôi từ 260 đến 350°C, nguyên liệu để sản xuất PO là các loại dầu thực vật và phế liệu của chế biến động vật, các loại phụ gia được chế tạo tại Viện Hóa học Công nghiệp.

### 2.2 Phương pháp thực nghiệm:

Điều chế DO bằng phương pháp oxy hóa n-parafin tại 145-150°C, trong thời gian 5-6 giờ, tốc độ khí 60m<sup>3</sup>/h. Sản phẩm oxy hoá được trung hòa, lắng, tách và cô đặc.

PO được điều chế bằng phản ứng xà phòng hóa dầu thực vật tại nhiệt độ 90-95 °C trong 45-48 giờ. Xác định chỉ số axit bằng phương pháp chuẩn độ KOH, cuối cùng là công đoạn phối chế sản phẩm.

### 2.3 Thử tuyển:

Các mẫu thuốc tập hợp được thử tuyển sơ bộ trong phòng thí nghiệm, nhằm lựa chọn ra những mẫu tối ưu nhất. Các mẫu có khả năng tuyển tốt nhất được lựa chọn để thử tại điều kiện thực tế tại nhà máy, và phải tuân theo quy trình: tuyển sơ bộ, tuyển vòng hở, tuyển vòng kín, tuyển trên dây chuyên pilot, cuối cùng đưa vào tuyển công nghiệp.

## 3. KẾT QUẢ VÀ THẢO LUẬN

### 3.1 Nghiên cứu nâng cao chất lượng sản phẩm DO:

DO là sản phẩm oxy hóa n-parafin từ dầu diesel hoặc từ n-parafin nhập ngoại. Những nghiên cứu đầu tiên của công trình này là thực hiện quá trình oxy hóa dầu diesel, đó là vào những năm 90-91. Song quá trình oxy hóa dầu diesel bộc lộ những bất cập là phải thực hiện công đoạn tách n-parafin từ dầu, phải sử dụng lượng axit sunfuric lớn để tách loại các tạp chất và các hydrocacbon thơm, ngoài ra còn phải xử lý cặn axit gudron và vấn đề giải quyết phế thải. Đề tài "oxy hóa trực tiếp n-parafin để điều chế DO" đã giải quyết được những nhược điểm nêu trên, và có ưu điểm nổi bật là tuyển chọn được các hydrocacbon sạch, cung cấp sản phẩm oxy hóa đạt tiêu chuẩn chất lượng và đồng nhất. Hình 1 biểu diễn lưu trình công nghệ chế tạo DO.

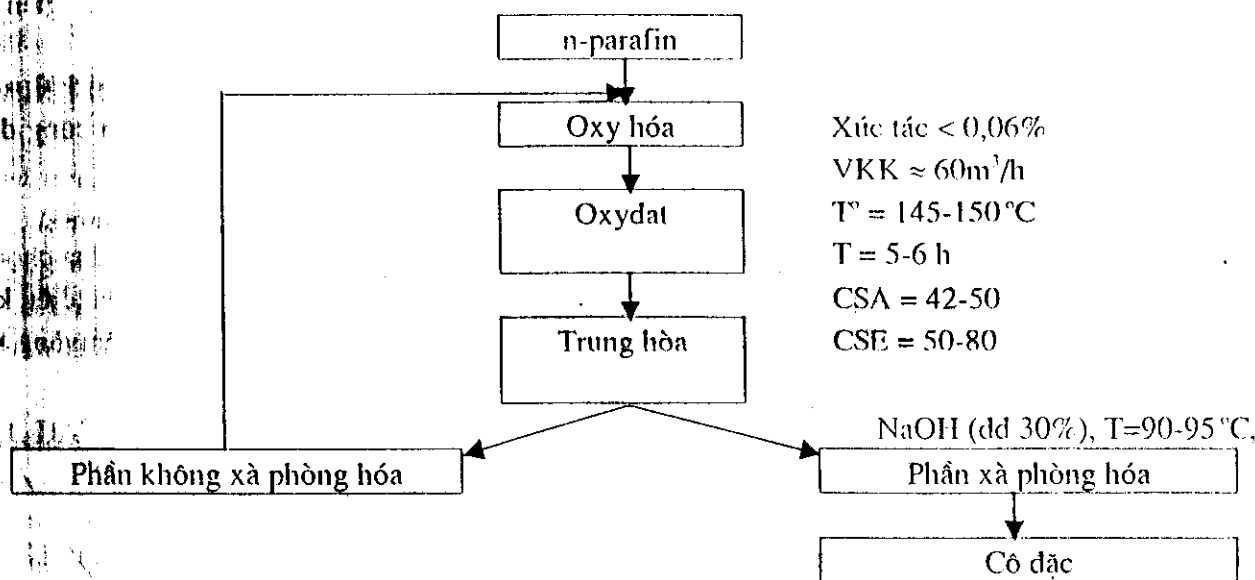
Quá trình oxy hóa được tiến hành trong tháp phản ứng, có sử dụng khoảng 0,06% xúc tác kim loại, tốc độ dòng khí vào dung dịch là 60m<sup>3</sup>/h. Phản ứng được tiến hành tại 145-150°C trong khoảng thời gian 5-6 giờ, cho đến khi đo được chỉ số axit của sản phẩm oxy hoá ở mức 42-50 mg KOH/g sản phẩm. Sau phản ứng trung hòa tại 90-95 °C, trong 3-4 giờ, sản phẩm được lắng tách. Phần không xà phòng hóa được tách ra đưa đi cô đặc và dùng để phối chế thuốc tập hợp.

Mọi nỗ lực nghiên cứu để hướng tới việc giảm thành phần không xà phòng hóa trong DO, bởi vì thành phần này có thể gây ảnh hưởng đến quá trình tuyển. Việc giảm thiểu thành phần không xà phòng hóa xuống <1% được thực hiện bằng cách pha loãng và lắng tách nhiều lần. Kết quả nghiên cứu mới nhất cho thấy: lượng dầu còn lại trong DO không làm tăng thể tích bọt tuyển. Khi lượng dầu còn lại trong DO tăng từ 1-5%, cho thấy bọt tuyển nổi giảm (nghĩa là độ dai của bọt giảm). Nhưng khi lượng dầu >5% cho thấy là thể tích bọt không giảm,

mà tính tập hợp của thuốc lại giảm đi. Vì vậy, ta có thể khống chế lượng dầu dư từ 2-3%, không nhất thiết phải khống chế dưới 1%.

**3.2. Điều kiện công nghệ và chỉ tiêu chất lượng sản phẩm:**

Để nâng cao chất lượng của thuốc tập hợp VH2000 so với thuốc DPO-93, một số nghiên cứu cải tiến đối với sản phẩm DO như (thay thế dầu diesel bằng n-parafin, khống chế lượng dầu dư 2-3%, cô đặc sản phẩm PO cũng được cải tiến bằng cách sử dụng dầu phế thải nguồn động vật, đồng thời vai trò của phụ gia cũng được nghiên cứu chi tiết hơn.



Hình 1. Lưu trình công nghệ chế tạo DO.

**Bảng 1: Điều kiện công nghệ và chỉ tiêu chất lượng sản phẩm DO**

Điều kiện:

Tốc độ sục khí: VKK = 60 m<sup>3</sup>/h

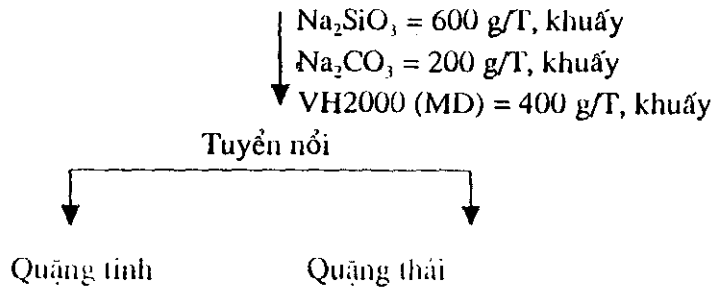
T° phản ứng = 145-150°C

t = 5-6 h, cô đặc

STT	Chỉ tiêu	Thông số cần đạt
1.	Màu sắc	Màu sẫm
2.	Trạng thái	Dịch đặc sánh
3.	Hàm lượng chất hữu cơ (%)	97-98%
4.	Chỉ số axit hữu cơ [mgKOH/g]	110-120
5.	Chỉ số xà phòng hóa [mgKOH/g]	142-150
6.	Chỉ số este [mgKOH/g]	96-98
7.	Thành phần không xà phòng hóa [%]	2-3

**3.3 Kết quả thử tuyển đối với thuốc tập hợp VH2000:**

Trên cơ sở thuốc VH2K<sub>2</sub>, chúng tôi tiếp tục hoàn thiện và nâng cao chất lượng thuốc tập hợp, với mục tiêu là nâng cao tính khả tuyển của thuốc so với MD20245 của Thủy Điện, và đã cho ra đời mã hiệu thuốc mới: VH2000. Thí nghiệm tuyển sơ bộ được mô phỏng theo hình 2.



Hình 2: Sơ đồ thí nghiệm tuyển vòng hở (VH2000)

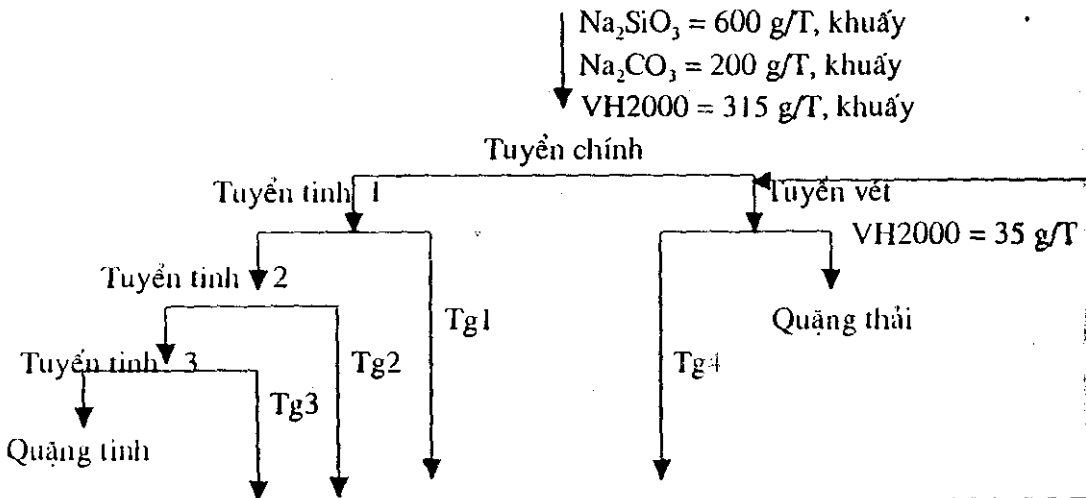
Kết quả tuyển sơ bộ được trình bày trong bảng 2, có đối chứng với MD20245 của Thụy Điển, với các điều kiện thí nghiệm như nhau.

**Bảng 2: Kết quả thí nghiệm sơ bộ – VH2000**

STT	Sản phẩm	Chỉ tiêu				Điều kiện thuốc tuyển
		Thu hoạch (%)	$\text{P}_2\text{O}_5$ (%)	Thực thu (%)	Vbọt (max)	
1	Quặng tinh	46,05	29,11	76,21	600	$\text{Na}_2\text{SiO}_3=600\text{g/T}$ $\text{Na}_2\text{CO}_3=200\text{g/T}$ $\text{VH2000}=400\text{g/T}$
	Quặng thải	53,95	7,76	23,79		
	Quặng đầu	100,00	17,59	100		
2	Quặng tinh	46,15	28,67	75,09	500	$\text{Na}_2\text{SiO}_3=600\text{g/T}$ $\text{Na}_2\text{CO}_3=200\text{g/T}$ $\text{MD20245}=400\text{g/T}$
	Quặng thải	53,85	8,16	24,91		
	Quặng đầu	100	17,62	100		

Kết quả bảng 2 cho thấy thuốc VH2000 có khả năng tập hợp mạnh, chọn lọc cao, thể tích bọt còn cao hơn thuốc tuyển MD20245. Để chuyển sang tuyển vòng kín, các thí nghiệm tuyển vòng hở đã được thực hiện đối với thuốc VH2000. Tiêu hao các loại thuốc tuyển cho vòng kín được xác định như sau:  $\text{Na}_2\text{SiO}_3=600\text{g/T}$ ,  $\text{Na}_2\text{CO}_3=200\text{g/T}$ ,  $\text{MD20245}=350\text{g/T}$ . Sơ đồ thí nghiệm tuyển vòng kín, điểm cấp, chi phí thuốc xem hình vẽ 3; sơ đồ gồm: 1 tuyển chính, 3 tuyển tinh và 1 tuyển vớt, 2 điểm cấp thuốc: 315 g/T và 35 g/T (tuyển vớt).

Hình 3: Sơ đồ thí nghiệm tuyển vòng kín



Kết quả thử tuyển vòng kín với loại thuốc VH2000 được trình bày trong bảng 3. Thử nghiệm tương tự cũng được thực hiện đối với thuốc MD20245 và hỗn hợp thuốc MD20245 + VH2000 với tỷ lệ 50/50 để so sánh.

**Bảng 3: Kết quả thử nghiệm tuyển vòng kín – VH2000**

Thông số thí nghiệm		VH2K <sub>2</sub>	VH2000	MD20245	VH2000/MD20245 = 50/50
Chỉ phí thuốc	Na <sub>2</sub> SiO <sub>3</sub> (g/T)	800	600	600	600
	Na <sub>2</sub> CO <sub>3</sub> (g/T)	150	200	200	200
	Thuốc tập hợp (g/T)	230	350	350	350
Kết quả	Hàm lượng P <sub>2</sub> O <sub>5</sub> quặng tinh (%)	32,82	33,24	34,48	33,25
	Hàm lượng P <sub>2</sub> O <sub>5</sub> quặng thải (%)	6,8	6,25	6,32	5,98
	Thu hoạch (%)	33,94	36,99	34,48	37,69
	Thực thu (%)	71,26	75,76	73,76	77,07

Căn cứ kết quả bảng 3 và quan sát tính chất bột khi tiến hành thí nghiệm với các mẫu thuốc tuyển VH2K<sub>2</sub>, VH2000, MD20245 nhận thấy:

- Về tính chất bột: đã cải thiện nhiều hơn hẳn thuốc tuyển DPO-93: thể tích bột nhỏ, dễ vỡ, tăng khả năng vận chuyển, có khả năng lắng lọc quặng tinh.
- Về hiệu quả tuyển của thuốc: tính tập hợp mạnh, khả năng lựa chọn khá.

Với kết quả này, chúng tôi đã tiến hành tuyển trên quy mô bán công nghiệp (pilot). Hiệu quả tuyển thử bán công nghiệp đối với thuốc VH2000 và MD20245 (để so sánh) được trình bày trong bảng 4.

**Bảng 4: Kết quả tuyển trên dây chuyền pilot**

	Ngày	% P <sub>2</sub> O <sub>5</sub> quặng tinh	% P <sub>2</sub> O <sub>5</sub> Quặng thải	Điều kiện
VH 2000	12/1	31.96	6.46	VH2000 = 430 g/T
	13/1	32.62	6.53	Na <sub>2</sub> SiO <sub>3</sub> = 650 g/T
	14/1	32.74	6.73	Na <sub>2</sub> CO <sub>3</sub> = 150 g/T
	15/1	32.40	6.31	
MD 20245	16/1	30.06	5.69	MD = 450 g/T
				Na <sub>2</sub> SiO <sub>3</sub> = 600 g/T
				Na <sub>2</sub> CO <sub>3</sub> = 150 g/T
	17/1	30.76	6.92	MD = 370 g/T
				Na <sub>2</sub> SiO <sub>3</sub> = 600 g/T
			Na <sub>2</sub> CO <sub>3</sub> = 150 g/T	
	18/1	31.76	6.45	MD = 350 g/T
				Na <sub>2</sub> SiO <sub>3</sub> = 600 g/T
				Na <sub>2</sub> CO <sub>3</sub> = 150 g/T
	19/1	32.06	6.56	MD = 330 g/T
				Na <sub>2</sub> SiO <sub>3</sub> = 600 g/T
				Na <sub>2</sub> CO <sub>3</sub> = 150 g/T

### 3.4. Tuyển công nghiệp:

Từ kết quả của bảng 4 cho thấy: thuốc tuyển VH2000 cho ta hiệu quả tuyển cao hơn thuốc MD20245 (quặng tinh  $\geq 32\%$ , quặng thải  $\approx 6,5\%$ , tính chất bột tốt. Kết quả này đã cho phép đưa VH2000 vào tuyển công nghiệp. Năm 2003, Viện Hóa học Công nghiệp đã ký hợp đồng cung cấp cho Nhà máy Tuyển 220 tấn thuốc VH2000.

Với tỷ lệ thuốc VH2000/MD20245 = 70/30, kết quả tuyển công nghiệp trong 7 tháng liền của năm 2003 tại Nhà máy Tuyển quặng Apatit rất ổn định, hiệu quả tuyển cao, duy trì sản lượng quặng tuyển.

## 4. KẾT LUẬN

- Đã nghiên cứu nâng cao chất lượng và hoàn thiện công nghệ chế tạo thuốc tập hợp hữu cơ VH2000 để tuyển quặng Apatit loại 3 Lào Cai.
- Đã tuyển thử vòng kín và tuyển pilot. Kết quả tuyển thử tương đương thuốc mới nhất MD20379 của Thụy Điển và có chỉ tiêu vượt hơn thuốc MD20245 hiện nay.
- Đã đưa và sẽ đưa vào tuyển công nghiệp 220 tấn thuốc VH2000 trong năm 2003.

## 5. TÀI LIỆU THAM KHẢO

1. Manual for Evaluation of Industrial Project, Industrial Development Organization Viena — 1986.
2. Mai Ngọc Chúc, Bùi Đăng Học và cộng sự, Tuyển tập công trình nghiên cứu KH-CN 1991-2000 (2000) 3.
3. Phạm Thế Trinh, Mai Ngọc Chúc, Bùi Đăng Học và cộng sự, Báo cáo đề tài Tổng Công ty năm 2001
4. Nguyễn Văn Tạo, Nguyễn Văn Phú, Báo cáo kết quả thử tuyển thuốc VH2000 (2001)