



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

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

(11)



1-0037728

(51)^{2020.01} C05B 17/00; C01B 25/28

(13) B

(21) 1-2020-07394

(22) 21/12/2020

(45) 25/12/2023 429

(43) 25/02/2021 395

(73) Trịnh Hồng Tú (VN)

Số 401 nhà A, Tập thể Bưu điện Láng Thượng, ngõ 84 Chùa Láng, phường Láng Thượng, quận Đống Đa, thành phố Hà Nội

(72) Trịnh Hồng Tú (VN); Trịnh Đức Anh (VN); Lê Ngọc Diệp (VN); Nguyễn Xuân Long (VN); Lê Thị Ngọc Anh (VN); Trần Kim Tuyền (VN); Trịnh Tuấn Linh (VN).

(54) PHƯƠNG PHÁP LỌC TẠP CHẤT TRONG AXIT PHOSPHORIC TRÍCH LY ĐÃ CÔ ĐẶC MÀ ĐƯỢC DÙNG ĐỂ SẢN XUẤT PHÂN BÓN ĐIAMONI PHOSPHAT NHẪM NÂNG CAO HÀM LƯỢNG CỦA PHÂN BÓN NÀY VÀ ĐỒNG THỜI XỬ LÝ BÃ RẮN SAU LỌC THÀNH PHÂN LÂN, PHÂN N.P VÀ PHÂN NPK

(57) Sáng chế đề cập đến phương pháp lọc tạp chất trong axit H_3PO_4 trích ly đã cô đặc mà được dùng để sản xuất phân bón điamoni phosphat nhằm nâng cao hàm lượng của phân bón này và đồng thời xử lý bã rắn sau lọc thành phân lân, phân N.P hoặc phân NPK, phương pháp này bao gồm các bước:

(i) chuẩn bị axit H_3PO_4 trích ly đã cô đặc;

(ii) chuẩn bị dung dịch hỗn hợp chất keo tụ bằng cách pha polyacrylamit (PAM), dạng cation hoặc kết hợp cation và anion, với Na_2S trong nước;

(iii) cho dung dịch hỗn hợp chất keo tụ thu được ở bước (ii) vào dung dịch axit H_3PO_4 đã cô đặc ở bước (i) và khuấy đều, để keo tụ, tạo bông cặn lơ lửng;

(iv) tách rắn/lỏng dung dịch thu được từ bước (iii), dung dịch axit H_3PO_4 sạch thu được sau khi tách được dùng để sản xuất DAP, trong đó tỷ lệ thu hồi dung dịch axit H_3PO_4 đạt tiêu chuẩn để sản xuất DAP là từ 80 đến 85% và hàm lượng SS trong dung dịch sau lọc < 1%;

(vi) sản xuất phân lân (P_2O_5) bằng cách trộn đều bán thành phẩm từ bước (v) với $CaSO_4 \cdot 1/2H_2O$ khô;

(vii) sản xuất phân N.P bằng cách trộn đều bán thành phẩm từ bước (v) với amoni sulfat - $(NH_4)_2SO_4$; và

(viii) sản xuất phân NPK bằng cách trộn phân N.P thu được từ bước (vii) với kali clorua (KCl).

Lĩnh vực kỹ thuật được đề cập

Sáng chế thuộc lĩnh vực sản xuất phân bón, cụ thể là phương pháp lọc tạp chất trong axit phosphoric (H_3PO_4) trích ly đã cô đặc mà được dùng để sản xuất phân bón diamoni phosphat ($(\text{NH}_4)_2\text{HPO}_4$, còn được gọi là DAP) nhằm nâng cao hàm lượng phân bón này, và xử lý bã rắn sau lọc thành phân lân (P_2O_5), phân nitơ-phospho (N.P) hoặc phân bón nitơ – phospho - kali (NPK) có thành phần P_2O_5 hữu hiệu lớn nhất.

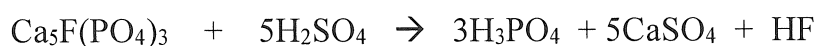
Tình trạng kỹ thuật của sáng chế

Công nghệ sản xuất phân bón DAP gồm hai giai đoạn: sản xuất axit H_3PO_4 và sản xuất DAP từ axit H_3PO_4 thu được.

Axit H_3PO_4 được sản xuất theo hai phương pháp là phương pháp nhiệt từ phospho nguyên tố và phương pháp ướt, nhờ chế biến quặng apatit ($\text{Ca}_5\text{F}(\text{PO}_4)_3$) bằng axit sulfuric (H_2SO_4) (phương pháp dihydrat), nên sản phẩm này được gọi là axit H_3PO_4 trích ly, giá rẻ hơn axit H_3PO_4 theo phương pháp nhiệt.

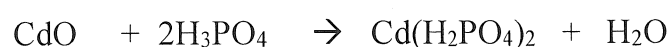
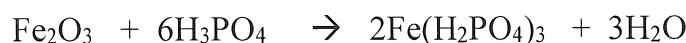
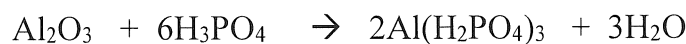
Các quá trình công nghệ sản xuất axit H_3PO_4 trích ly được chia làm hai giai đoạn, gồm sản xuất axit H_3PO_4 loãng và sản xuất axit H_3PO_4 đặc.

Quá trình sản xuất (trích ly) axit H_3PO_4 loãng được tiến hành theo phản ứng sau:

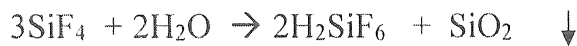


Tùy thuộc chất lượng quặng, độ ẩm quặng và nồng độ axit H_2SO_4 , dung dịch axit H_3PO_4 trích ly được thường có nồng độ nằm trong khoảng từ 25% - 28%, tính theo P_2O_5 .

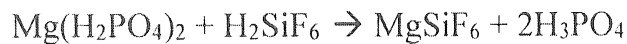
Trên thực tế, trong quặng apatit còn các tạp chất kim loại khác bị hòa tan một phần trong axit H_3PO_4 vừa tạo thành, và cả H_2SO_4 còn dư ví dụ:



SiF_4 trong dung dịch sẽ trùng hợp thành



và có thể có các phản ứng khác như:



Phần còn lại của các tạp chất kim loại nêu trên cùng với các muối kim loại, axit H_2SiF_6 và các muối CaSiF_6 , MgSiF_6 sinh ra được coi là các tạp chất tồn tại trong dung dịch. Những tạp chất này tồn tại trong dung dịch sẽ gây ảnh hưởng không nhỏ tới quá trình cô đặc và quá trình sản xuất DAP. Cụ thể về thành phần của các tạp chất này được thể hiện trong Bảng 1 dưới đây.

Bảng 1: Thành phần các tạp chất có lẫn trong dung dịch axit H_3PO_4 trích ly trước khi cô đặc, tương ứng với hàm lượng P_2O_5 nằm trong khoảng từ 25 đến 28%

Chỉ tiêu	Đơn vị tính	Hàm lượng	
P_2O_5	%	$25 \leq \text{P}_2\text{O}_5 \leq 28$	
Tỷ trọng	kg/l	1,35	1,4
Al_2O_3	%	1,32	2,1
SO_3	%	2,47	3,4
CaO	%	0,3	0,92
MgO	%	0,6	1
Fe_2O_3	%	1,6	2,4
SiO_2	%	0,35	0,63
F	%	1,2	1,6
Mn_2O_3	%	0,7	0,9
Cd	ppm/kg	3	7,13

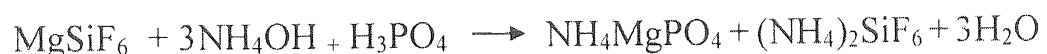
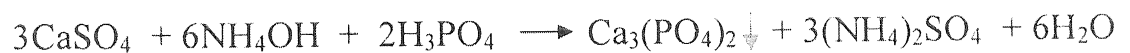
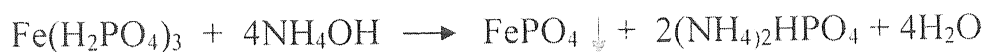
Bước tiếp theo, dung dịch axit H_3PO_4 loãng có nồng độ nằm trong khoảng từ 25% - 28% được cô đặc đến nồng độ 45 - 50%, tính theo P_2O_5 , để có thể dùng được trong công nghệ sản xuất DAP. Tuy nhiên, khi cô đặc, các muối như hệ CaSO_4 - H_3PO_4 - H_2O , MgSiF_6 - H_3PO_4 - H_2O , CaSiF_6 - H_3PO_4 - H_2O sẽ kết tủa. Ngoài ra, khi nồng độ P_2O_5 trong hệ tăng lên do cô đặc, thì độ hòa tan của CaSO_4 , MgSiF_6 , CaSiF_6 cũng như của các muối tan khác như $\text{Fe}(\text{H}_2\text{PO}_4)_3$, $\text{Al}(\text{H}_2\text{PO}_4)_3$, $\text{Mn}(\text{H}_2\text{PO}_4)_3$, v.v. giảm đi một cách rõ rệt. Điều đó có nghĩa là càng cô đặc càng sinh ra nhiều kết tủa (như được phản ánh bởi sự tăng hàm lượng của các tạp chất trong bảng 2), làm cho axit đặc quánh.

Bảng 2: Thành phần axit H_3PO_4 trích ly sau khi đã cô đặc, tương ứng với hàm lượng P_2O_5 nằm trong khoảng từ 45 đến 49%

Chỉ tiêu	Đơn vị tính	Hàm lượng	
P_2O_5	%	$45 \leq P_2O_5 \leq 49$	
Tỷ trọng	kg/l	1,755	1,808
SS	%	8,9	12,7
Al_2O_3	%	2,92	3,26
Fe_2O_3	%	2,14	3,47
CaO	%	0,9	1,47
MgO	%	1,1	1,6
SO_3	%	2,4	4,47
Mn_2O_3	%	0,83	1,42
F	%	2,17	3,2
Cd	ppm/kg	13	17

Đến giai đoạn sản xuất DAP, khi trung hòa axit H_3PO_4 này đến $pH = 3,5 - 5$, các muối phosphat của sắt, nhôm và các muối kim loại nặng khác, một phần tạo thành các hydroxit, một phần tạo thành các muối $FePO_4$, $AlPO_4$, $MnPO_4$, $Ca_3(PO_4)_2$, v.v., là các muối phosphat bền. Các muối này, không tan và làm mất đi lượng P_2O_5 hữu ích nên không có giá trị cho cây trồng, cùng với các tạp chất $CaSO_4$, MnF_2 , $CaSiF_6$ làm giảm chất lượng sản phẩm DAP, cụ thể là không đạt yêu cầu về hàm lượng N và P_2O_5 .

Ví dụ



Các muối phosphat của kim loại nặng, kim loại kiềm thổ $AlPO_4$, $Fe(PO_4)_3$, $Ca_3(PO_4)_2$, v.v. với $pH = 3,5 - 5$ đều không tan, nên cây trồng không hấp thụ, chỉ muối NH_4MgPO_4 là cây hấp thụ được.

Các cặn này là nguyên nhân làm giảm chất lượng của phân DAP, cụ thể là chúng làm cho chất lượng phân bón DAP giảm, chậm tan và hàm lượng N, P_2O_5 không đạt yêu cầu.

Các phương pháp đã biết để làm giảm hàm lượng cặn lơ lửng chỉ đơn thuần là để lắng, tuy nhiên phương pháp này có nhược điểm là thể tích bể chứa dung dịch cô đặc lớn, thời gian để cặn lơ lửng lắng được là dài và chỉ thu hồi được khoảng 25 đến 40% axit H_3PO_4 đạt tiêu chuẩn để sản xuất DAP. Lượng axit H_3PO_4 còn lại do chứa hàm lượng cặn lơ lửng tăng lên, nếu được sử dụng để sản xuất phân bón thì chất lượng của loại phân bón đó cũng rất thấp.

Bản chất kỹ thuật của sáng chế

Mục đích của sáng chế là khắc phục những hạn chế của công nghệ đã biết nêu trên, nhằm giảm triệt để các cặn lơ lửng (SS) trong axit H_3PO_4 trích ly đã cô đặc tới mức < 1% mà phương pháp đã biết không thực hiện được, theo đó thu hồi lượng axit H_3PO_4 sạch tối đa.

Mục đích khác của sáng chế là nhằm xử lý bã rắn SS sau khi tách khỏi dung dịch axit H_3PO_4 đã cô đặc thành phân lân (P_2O_5), phân nitơ-phospho (N.P) hoặc phân nitơ – phospho - kali (NPK) có thành phần P_2O_5 hữu hiệu lớn nhất.

Để đạt được các mục đích nêu trên, sáng chế đề xuất:

[1] Phương pháp lọc tạp chất trong axit H_3PO_4 trích ly đã cô đặc mà được dùng để sản xuất phân bón diamoni phosphat (DAP) nhằm nâng cao hàm lượng của phân bón này và đồng thời xử lý bã rắn sau lọc thành phân lân, phân N.P hoặc phân NPK, phương pháp này bao gồm các bước:

(i) chuẩn bị axit H_3PO_4 trích ly đã cô đặc có hàm lượng, tính theo P_2O_5 , nằm trong khoảng từ 45% đến 49% và có nhiệt độ nằm trong khoảng từ 45 đến 100°C;

(ii) chuẩn bị dung dịch hỗn hợp chất keo tụ bằng cách pha polyacrylamit (PAM), dạng cation hoặc kết hợp cation và anion, với Na_2S trong nước, trong đó tỷ lệ nước : PAM : Na_2S được sử dụng cho mỗi tấn axit H_3PO_4 đã cô đặc tương ứng là (12,5-20 lit) : (60-70 g) : (20-50 g);

(iii) cho dung dịch hỗn hợp chất keo tụ thu được ở bước (ii) vào dung dịch axit H_3PO_4 đã cô đặc ở bước (i) theo tỷ lệ từ 12,5 đến 20,0 lit cho mỗi tấn axit H_3PO_4 đã cô đặc và khuấy đều, để keo tụ, tạo bông cặn lơ lửng;

(iv) tách rắn/lông dung dịch thu được từ bước (iii), dung dịch axit H_3PO_4 sạch

thu được sau khi tách được dùng để sản xuất DAP, trong đó tỷ lệ thu hồi dung dịch axit H_3PO_4 đạt tiêu chuẩn để sản xuất DAP là từ 80 đến 85% và hàm lượng SS trong dung dịch sau lọc $< 1\%$;

(v) khử axit H_3PO_4 dư có trong phần bã rắn thu được ở bước (iv) bằng cách thêm từ 8% đến 25% quặng apatit cỡ hạt 65-70 μm có hàm lượng P_2O_5 nằm trong khoảng từ 30% đến 42% vào tổng khối lượng bã rắn, trộn đều, và lưu trong 24 đến 72 giờ, để xử lý bã rắn thành bán sản phẩm sản xuất phân lân (P_2O_5), phân N.P hoặc phân NPK;

(vi) sản xuất phân lân (P_2O_5) bằng cách trộn đều bán thành phẩm từ bước (v) với $\text{CaSO}_4.1/2\text{H}_2\text{O}$ khô theo tỷ lệ khối lượng bán thành phẩm : $\text{CaSO}_4.1/2\text{H}_2\text{O}$ khô nằm trong khoảng từ 1 : 0,5 đến 1 : 1,5;

(vii) sản xuất phân N.P bằng cách trộn đều bán thành phẩm từ bước (v) với amoni sulfat - $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$ theo tỷ lệ khối lượng bán thành phẩm : amoni sulfat nằm trong khoảng từ 1 : 0,5 đến 1 : 2; và

(viii) sản xuất phân NPK, tùy theo yêu cầu hàm lượng K_2O nhiều hay ít, bằng cách trộn phân N.P thu được từ bước (vii) với kali clorua (KCl).

[2]. Phương pháp theo mục [1], trong đó ở bước (vi), phân lân thu được được sấy đến độ ẩm theo yêu cầu của khách hàng và nghiền mịn để thu được phân lân P_2O_5 thành phẩm.

[3]. Phương pháp theo mục [1] hoặc [2], trong đó ở bước (vii), phân N.P thu được được sấy đến độ ẩm theo yêu cầu của khách hàng và nghiền mịn để thu được phân N.P thành phẩm.

[4]. Phương pháp theo mục bất kỳ trong số các mục nêu trên, trong đó ở bước (ii), tỷ lệ nước : PAM : Na_2S được sử dụng cho mỗi tấn axit H_3PO_4 đã cô đặc là 15 lit : 65 g : 30 g.

[5]. Phương pháp theo mục bất kỳ trong số các mục nêu trên, trong đó ở bước (ii), tỷ lệ khối lượng của PAM dạng anion : PAM dạng cation nằm trong khoảng từ $\frac{1}{13}$ đến $\frac{1}{11}$.

[6]. Phương pháp theo mục [5], trong đó tỷ lệ khối lượng của PAM dạng anion : PAM dạng cation là $\frac{1}{12}$.

Mô tả vắn tắt các hình vẽ

Hình 1 là hình vẽ máy ép đùn trục vít được sử dụng trong ví dụ thực hiện sáng chế.

Hình 2 là hình vẽ minh họa dao gạt bố trí ở đầu khuôn ép đùn.

Hình 3 là hình vẽ minh họa khuôn ép đùn có nhiều lỗ tạo hình.

Mô tả chi tiết sáng chế

Sau đây, sáng chế sẽ được mô tả một cách chi tiết theo từng công đoạn và điều kiện thực hiện, cũng như theo các phương án được ưu tiên.

Theo một phương án, sáng chế đề xuất phương pháp lọc tạp chất trong axit H_3PO_4 trích ly đã cô đặc mà được dùng để sản xuất phân bón diamoni phosphat (DAP) nhằm nâng cao hàm lượng của phân bón này và đồng thời xử lý bã rắn sau lọc thành phân lân, phân N.P hoặc phân NPK, phương pháp này bao gồm các bước:

(i) Chuẩn bị axit H_3PO_4 trích ly đã cô đặc có hàm lượng, tính theo P_2O_5 , nằm trong khoảng từ 45% đến 49% và có nhiệt độ nằm trong khoảng từ 45 đến 100°C .

Nếu axit H_3PO_4 đã cô đặc có hàm lượng tính theo $\text{P}_2\text{O}_5 < 45\%$ thì các muối kim loại $\text{Fe}(\text{H}_2\text{PO}_4)_3$, $\text{Al}(\text{H}_2\text{PO}_4)_3$, $\text{Mn}(\text{H}_2\text{PO}_4)_3$, v.v., axit H_2SiF_6 và các muối CaSiF_6 , MgSiF_6 sinh ra được coi là các tạp chất vẫn còn tan trong dung dịch, chưa kết tủa hết dẫn đến chất lượng phân bón DAP không đảm bảo chất lượng.

Nếu axit H_3PO_4 đã cô đặc có hàm lượng tính theo $\text{P}_2\text{O}_5 > 49\%$ thì axit sẽ đặc quánh dẫn đến tỷ lệ thu hồi axit sạch không cao, sản lượng phân bón DAP giảm.

Nếu nhiệt độ của axit H_3PO_4 đã cô đặc nhỏ hơn 45° , thì độ nhớt của axit H_3PO_4 đã cô đặc sẽ tăng, ảnh hưởng đến sự thu hồi axit.

Nếu nhiệt độ axit H_3PO_4 đã cô đặc lớn hơn 100° , thì sẽ ảnh hưởng đến quá trình keo tụ, tạo bông cặn lơ lửng ở bước (iii) dưới đây, nhanh hư hại thiết bị.

Tốt hơn là axit H_3PO_4 đã cô đặc có nhiệt độ nằm trong khoảng từ 45 đến 90° .

Tốt hơn là phương pháp theo sáng chế được tiến hành ngay sau quá trình cô đặc để tận dụng nhiệt của quá trình này, giảm chi phí năng lượng để làm nóng axit.

(ii) Chuẩn bị dung dịch hỗn hợp chất keo tụ bằng cách pha polyacrylamit (PAM), dạng cation hoặc kết hợp cation và anion, với Na_2S trong nước, trong đó tỷ lệ nước : PAM : Na_2S được sử dụng cho mỗi tấn axit H_3PO_4 đã cô đặc tương ứng là (12,5-20 lit) : (60-70 g) : (20-50 g).

Nếu lượng nước ít hơn 12,5 lit cho mỗi tấn axit H_3PO_4 đã cô đặc, thì lượng PAM hòa tan sẽ khó, dung dịch hỗn hợp chất keo tụ đặc, nhớt, khó bơm, dẫn đến việc bơm định lượng không chính xác.

Nếu lượng nước lớn hơn 20 lit cho mỗi tấn axit H_3PO_4 đã cô đặc, thì axit H_3PO_4

đã cô đặc bị pha loãng, tổn năng lượng để làm khô sản phẩm phân bón.

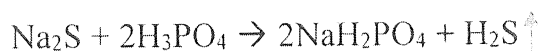
Việc sử dụng PAM dạng cation mang điện tích âm có tác dụng tạo bông cặn lơ lửng. Tốt hơn là, ngoài PAM dạng cation, PAM dạng anion cũng được sử dụng kết hợp để tăng cường khả năng liên kết cặn lơ lửng có trong tấn axit H_3PO_4 đã cô đặc. Theo một phương án, tỷ lệ khối lượng của PAM dạng anion : PAM dạng cation nằm trong khoảng từ $\frac{1}{13}$ đến $\frac{1}{11}$. Nếu tỷ lệ này thấp hơn $\frac{1}{13}$, thì khả năng keo tụ nhôm không cao. Nếu tỷ lệ này cao hơn $\frac{1}{11}$, thì hai loại PAM dạng anion và cation không tương hợp với nhau, dẫn đến giảm hiệu quả keo tụ.

Nếu lượng PAM tổng cộng cho mỗi tấn axit H_3PO_4 đã cô đặc nhỏ hơn 60 g sẽ dẫn đến không đủ khả năng để tạo liên kết cặn lơ lửng (SS) có trong tấn axit H_3PO_4 đã cô đặc, dẫn đến máy tách bã rắn không lọc được triệt để SS.

Nếu lượng PAM tổng cộng cho mỗi tấn axit H_3PO_4 đã cô đặc lớn hơn 70 g sẽ dẫn đến dung dịch axit H_3PO_4 đã cô đặc thừa PAM, dung dịch axit trở nên nhớt, máy tách bã rắn hoạt động cũng không hiệu quả.

Nếu Na_2S nhỏ hơn 20 g cho mỗi tấn axit H_3PO_4 đã cô đặc thì không đủ để làm cho dung dịch PAM lỏng hơn để dễ bơm, và không đủ để kết tủa cadimi và các kim loại nặng (Cd^+ , Fe^+ , Pb^+ , As^+ ...) có trong tấn axit H_3PO_4 đã cô đặc về dạng sulfua kim loại (CdS , PbS , As_2S_3 ...).

Nếu Na_2S lớn hơn 50 g cho mỗi tấn axit H_3PO_4 đã cô đặc thì khi trộn dung dịch hỗn hợp chất keo tụ vào axit H_3PO_4 đã cô đặc, lượng H_2S sinh ra theo phản ứng sau bị thừa, gây ô nhiễm không khí.



Tốt hơn là tỷ lệ nước : PAM : Na_2S được sử dụng cho mỗi tấn axit H_3PO_4 đã cô đặc là 15 lit : 65 g : 30 g.

Tốt hơn là tỷ lệ khối lượng của PAM dạng anion : PAM dạng cation = $\frac{1}{12}$.

(iii) Cho dung dịch hỗn hợp chất keo tụ thu được ở bước (ii) vào dung dịch axit H_3PO_4 đã cô đặc ở bước (i) theo tỷ lệ từ 12,5 đến 20,0 lit cho mỗi tấn axit H_3PO_4 đã cô đặc và khuấy đều, để keo tụ, tạo bông cặn lơ lửng.

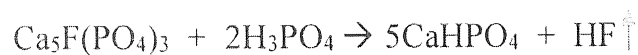
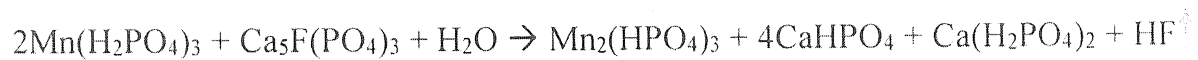
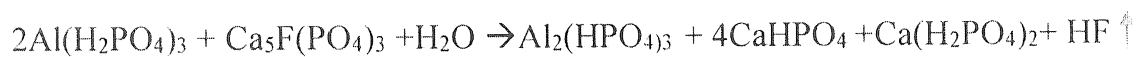
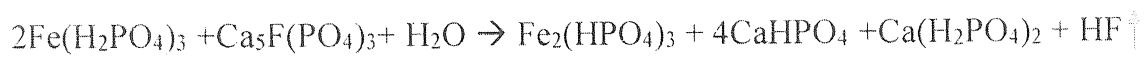
(iv) Tách rắn/lỏng dung dịch thu được từ bước (iii), dung dịch axit H_3PO_4 sạch thu được sau khi tách được dùng để sản xuất DAP, trong đó tỷ lệ thu hồi dung dịch axit H_3PO_4 đạt tiêu chuẩn để sản xuất DAP là từ 80 đến 85% và hàm lượng SS trong dung

dịch sau lọc < 1%.

Quá trình tách rắn/lỏng có thể được thực hiện bằng máy ép thủy lực hoặc máy lọc khung bản. Tuy nhiên, sáng chế không chỉ giới hạn ở đó, các phương pháp và các phương tiện tách rắn/lỏng bất kỳ đã biết trong lĩnh vực mà có thể tách riêng pha rắn dưới dạng bã rắn khỏi pha lỏng đều có thể được sử dụng.

(v) Khử axit H_3PO_4 dư có trong phần bã rắn thu được ở bước (iv) bằng cách thêm từ 8% đến 25% quặng apatit cỡ hạt 65-70 μm có hàm lượng P_2O_5 nằm trong khoảng từ 30% đến 42% vào tổng khối lượng bã rắn, trộn đều, và lưu trong 24 đến 72 giờ, để thu được bán sản phẩm sản xuất phân lân (P_2O_5), phân N.P hoặc phân NPK.

Một số phản ứng tại bước (v) diễn ra như sau:



Nếu quặng apatit được dùng thấp hơn 8%, thì axit H_3PO_4 dư tự do trong các phân thành phẩm vẫn còn cao, ảnh hưởng đến sự sinh trưởng của cây.

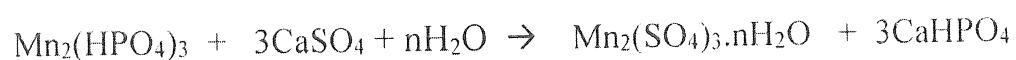
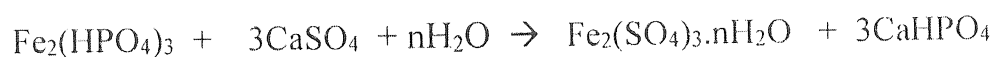
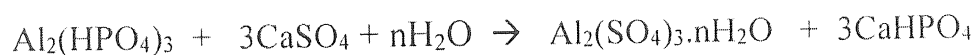
Nếu quặng apatit được dùng cao hơn 25%, axit H_3PO_4 dư tự do giảm mạnh, nhưng P_2O_5 hữu hiệu cũng giảm.

Nếu thời gian lưu thấp hơn 24 giờ, thì axit H_3PO_4 dư chưa tác dụng hết với quặng apatit.

Nếu thời gian lưu cao hơn 72 giờ, thì bán thành phẩm cứng, ảnh hưởng tới quá trình sử dụng để sản xuất phân ở các bước sau do phải mất công làm tơi.

(vi) Sản xuất phân lân (P_2O_5) bằng cách trộn đều bán thành phẩm từ bước (v) với $\text{CaSO}_4 \cdot 1/2\text{H}_2\text{O}$ (canxi sulfat hemihydrat) khô theo tỷ lệ khối lượng bán thành phẩm : $\text{CaSO}_4 \cdot 1/2\text{H}_2\text{O}$ nằm trong khoảng từ 1 : 0,5 đến 1 : 1,5.

Trong quá trình trộn, các muối kim loại sẽ trao đổi mạnh với axit mạnh hơn axit H_3PO_4 , đẩy ra muối ít tan như CaHPO_4 và tạo thành các muối hydrat, nên lân tạo thành có độ ẩm thấp, có lợi là giảm năng lượng sấy lân thành phẩm. Một số phản ứng diễn ra như sau:



Nếu hàm lượng $\text{CaSO}_4.1/2\text{H}_2\text{O}$ lớn hơn 1,5 phần so với 1 phần bán thành phẩm, thì lượng P_2O_5 trong sản phẩm nhỏ.

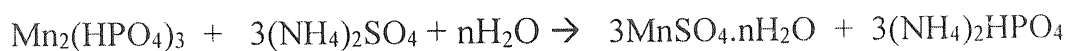
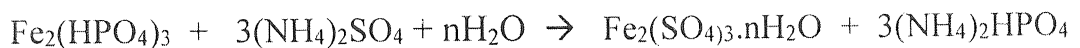
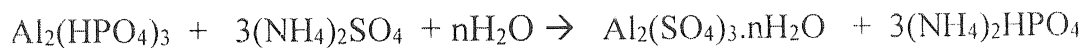
Nếu hàm lượng $\text{CaSO}_4.1/2\text{H}_2\text{O}$ nhỏ hơn 0,5 phần so với 1 phần bán thành phẩm, thì không đủ lượng CaSO_4 để trao đổi với các muối phosphat của các kim loại trong bã rắn.

Với việc điều chỉnh tỷ lệ khối lượng bán thành phẩm : $\text{CaSO}_4.1/2\text{H}_2\text{O}$ nằm trong khoảng nêu trên, có thể thu được hàm lượng lân P_2O_5 nằm trong khoảng từ 16% đến >30%, mà đáp ứng được nhu cầu của nhiều đối tượng khách hàng. Ví dụ, muốn tăng hàm lượng lân, cần phải giảm lượng $\text{CaSO}_4.1/2\text{H}_2\text{O}$ sử dụng.

Phân lân thu được ở bước này có thể còn được sấy đến độ ẩm theo yêu cầu của khách hàng và nghiền mịn để thu được phân lân P_2O_5 thành phẩm.

(vii) Sản xuất phân N.P bằng cách trộn đều bán thành phẩm từ bước (v) với amoni sulfat - $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$ theo tỷ lệ khối lượng bán thành phẩm : amoni sulfat nằm trong khoảng từ 1 : 0,5 đến 1 : 2.

Trong quá trình trộn, các muối kim loại sẽ trao đổi mạnh với axit mạnh hơn axit H_3PO_4 , đẩy ra muối như $(\text{NH}_4)_2\text{HPO}_4$ và tạo thành các muối hydrat, nên phân N.P tạo thành có độ ẩm thấp, có lợi là giảm năng lượng sấy phân N.P thành phẩm. Một số phản ứng diễn ra như sau:



Nếu hàm lượng amoni sulfat được sử dụng lớn hơn 2 phần so với 1 phần bán thành phẩm, thì lượng amoni sunfat lớn dẫn đến phân bón làm đất bị chua.

Nếu hàm lượng amoni sulfat được sử dụng nhỏ hơn 0,5 phần so với 1 phần bán thành phẩm, thì không đủ lượng amoni sulfat để trao đổi với các gốc muối kim loại phosphat trong bã rắn.

Phân N.P thu được ở bước này có thể được sấy đến độ ẩm theo yêu cầu của khách hàng và nghiền mịn để thu được phân N.P thành phẩm.

(viii) Sản xuất phân NPK, tùy theo yêu cầu hàm lượng K_2O nhiều hay ít, bằng cách trộn phân N.P thu được từ bước (vii) với kali clorua (KCl), trong đó phân N.P có thể là chưa được sấy và nghiền mịn hoặc đã được sấy và nghiền mịn.

Ví dụ thực hiện sáng chế

Sau đây, các ví dụ liên quan đến bước lọc tách cặn lơ lửng (SS) trong axit H_3PO_4 trích ly đã cô đặc, và bước xử lý bã rắn SS thành phân lân (P_2O_5), phân N.P hoặc phân NPK thuộc phương pháp theo sáng chế sẽ được mô tả thông qua ví dụ cụ thể.

Chuẩn bị:

- Axit H_3PO_4 trích ly đã cô đặc: 10 tấn.
- Hóa chất trợ lắng: polyacrylamit (PAM) có công thức hóa học $CONH_2(CH_2-CH)_n$, gồm hai loại là polyacrylamit dạng cation và polyacrylamit dạng anion.
- Na_2S .
- Bể chứa axit H_3PO_4 trích ly đã cô đặc: dạng bể tròn với trục khuấy có vận tốc từ 120 đến 300 vòng/phút.
- Bể pha hỗn hợp chất keo tụ: dạng bể tròn với trục khuấy có vận tốc nằm trong khoảng từ 400 đến 500 vòng/phút và có thể tích bằng khoảng 1/40 thể tích bể chứa axit H_3PO_4 trích ly đã cô đặc.
- Máy tách rắn/lỏng: máy ép khung bản.
- Máy ép đùn trục vít, như được thể hiện trên các Hình 1-3, bao gồm: động cơ 1 gắn với trục vít 3 để làm quay nó; phễu nạp liệu 2 để nạp liệu vào trục vít 3; khuôn ép đùn 5 để định hình sản phẩm ép đùn. Tốt hơn là, máy này còn có dao cắt 4 bố trí sát gần khuôn ép đùn 5.

Các bể chứa và máy tách rắn/lỏng là thông dụng trong lĩnh vực, do đó cần thiết phải mô tả.

Ví dụ 1: Lọc tách cặn lơ lửng (SS) trong axit H_3PO_4 trích ly đã cô đặc có thành phần như Bảng 3 dưới đây.

Bảng 3: Các thành phần trong axit H_3PO_4 trích ly đã cô đặc

Chỉ tiêu	Hàm lượng
P_2O_5	45,14%
Tỷ trọng	1,757 kg/l
<u>SS</u>	<u>8,9%</u>
Al_2O_3	2,92%
Mn_2O_3	0,83%
Fe_2O_3	2,14%
MgO	0,83%

CaO	0,9%
SO ₃	2,4%
F	2,17%
Cd	13 ppm/kg

(i) Bơm 10 tấn axit H₃PO₄ trích ly đã cô đặc có nhiệt độ khoảng 50° vào bể chứa axit. Axit này được lấy ngay sau quá trình cô đặc để tận dụng nhiệt của quá trình này, giảm chi phí năng lượng để làm nóng axit.

(ii) Bơm 150 lit nước vào bể pha hỗn hợp chất keo tụ. Cân 600g PAM dạng cation và cho từ từ vào bể, bật máy khuấy trước, sau đó cho thêm 50g PAM dạng anion và khuấy cho tan hết, cuối cùng cho thêm 300g Na₂S và khuấy cho tan hết.

(iii) Bơm hết hỗn hợp chất keo tụ nêu trên vào bể chứa axit H₃PO₄ trích ly đã cô đặc, vừa bơm vừa bật máy khuấy với tốc độ 150 vòng/phút.

(iv) Sau khoảng 15 phút khuấy trộn, bơm dung dịch từ bể chứa axit vào máy tách rắn/lông, ở đây là máy ép khung bản để lọc tách cặn lơ lửng khỏi dung dịch axit. Dung dịch lỏng thu được là axit H₃PO₄ sạch được bơm đi sản xuất phân bón DAP, trong khi bã rắn được chuyển qua bước (v) để xử lý axit dư.

Bảng 4: Chất lượng dung dịch axit H₃PO₄ sau khi lọc cặn lơ lửng

Chỉ tiêu	Hàm lượng
P ₂ O ₅	45,51%
Tỷ trọng	1,755 kg/l
<u>SS</u>	<u>0,77%</u>
Al ₂ O ₃	2,0%
Mn ₂ O ₃	0,52%
Fe ₂ O ₃	0,5%
MgO	0,72%
CaO	0,21%
SO ₃	1,23%
F	1,8%
Cd	0,0 ppm/kg

Tổng khối lượng bã rắn thu được là 1800 kg. Thành phần bã rắn này được thể hiện trong Bảng 5 dưới đây.

Bảng 5: Thành phần bã rắn thu được sau lọc cặn lơ lửng

Chỉ tiêu	Kết quả
<u>P₂O₅ tổng</u>	<u>37,1%</u>
P ₂ O ₅ hữu hiệu	22%
Axit tự do	5,1%
Al ₂ O ₃	6,33%
Fe ₂ O ₃	9,5%
Mn ₂ O ₃	2,13%
MgO	2,68%
CaO	3,68%
F	2,46%
SO ₃	1,13%
CdS	24 ppm/kg

Từ bảng 3 và bảng 4, thấy rằng hàm lượng SS trong dung dịch axit H₃PO₄ giảm đi hơn 10 lần (từ 8,9% còn 0,77%), chứng tỏ các tạp chất làm giảm chất lượng phân bón DAP được tách ra đáng kể.

Từ bảng 3 và bảng 5, có thể tính được lượng P₂O₅ thu được trong dung dịch axit để sản xuất DAP chiếm $\frac{(0,4514 \times 10000 - 0,371 \times 1800) \times 100}{0,4514 \times 10000} = 85,2\%$ khối lượng P₂O₅ ban đầu.

Khối lượng bã rắn được tách ra tới 18% tổng khối lượng của dung dịch axit trích ly đã cô đặc ban đầu, trong đó lượng P₂O₅ còn lại trong bã chiếm 14,8% khối lượng P₂O₅ ban đầu.

Bảng 6: Chất lượng phân bón DAP

được sản xuất từ dung dịch axit H₃PO₄ đã tách cặn lơ lửng theo bảng 4

N tổng	P ₂ O ₅	N.P	Cd
20,12% khối lượng	51,46% khối lượng	71,58% khối lượng	0,0 ppm/kg

Từ bảng 6 ta thấy sau khi lọc loại bỏ tạp chất thì hàm lượng DAP đạt tổng dinh dưỡng rất cao, mà cao hơn sản phẩm DAP 64% theo tiêu chuẩn (chứa 18% khối lượng

là N tổng và 46% khối lượng là P_2O_5 tổng.

Ví dụ 2: Lọc tách cặn lơ lửng (SS) trong axit H_3PO_4 trích ly đã cô đặc có thành phần như Bảng 7 dưới đây.

Bảng 7: Các thành phần trong axit H_3PO_4 trích ly đã cô đặc

Chỉ tiêu	Hàm lượng
<u>P_2O_5</u>	<u>48,37%</u>
Tỷ trọng	1,808 kg/l
<u>SS</u>	<u>12,7%</u>
Al_2O_3	3,26%
Mn_2O_3	1,42%
Fe_2O_3	3,43%
MgO	1,6%
CaO	1,47%
SO_3	4,47%
F	3,2%
Cd	17 ppm/kg

Quy trình lọc và pha chế hóa chất được thực hiện như trong ví dụ 1. Chất lượng dung dịch axit H_3PO_4 sau khi lọc cặn lơ lửng và thành phần bã rắn sau lọc theo ví dụ 2 được thể hiện trong các bảng 8 và 9 dưới đây.

Bảng 8: Chất lượng dung dịch axit H_3PO_4 sau khi lọc cặn lơ lửng của ví dụ 2

Chỉ tiêu	Hàm lượng
P_2O_5	48,78%
Tỷ trọng	1,795 kg/l
<u>SS</u>	<u>0,32%</u>
Al_2O_3	1,82%
Mn_2O_3	0,722%
Fe_2O_3	0,38%
MgO	1,1%
CaO	0,11%
SO_3	2,9%
F	1,19%
Cd	0,0 ppm/kg

Bảng 9: Bã rắn sau khi lọc của ví dụ 2 như sau:

Chỉ tiêu	Kết quả
P ₂ O ₅ tổng	<u>39,7%</u>
P ₂ O ₅ hữu hiệu	26,4%
axit tự do	8,6%
Al ₂ O ₃	7,78%
Mn ₂ O ₃	2,63%
Fe ₂ O ₃	13,7%
MgO	1,58%
CaO	4,58%
F	2,76%
SO ₃	0,9%
CdS	27 ppm/kg

Từ bảng 7 và bảng 8, thấy rằng hàm lượng SS trong dung dịch axit H₃PO₄ giảm đi gần 40 lần (từ 12,7% còn 0,32%), chứng tỏ các tạp chất làm giảm chất lượng phân bón DAP được tách ra đáng kể.

Từ bảng 7 và bảng 9, tính toán tương tự ví dụ 1, lượng P₂O₅ hữu hiệu được thu hồi để sản xuất DAP đạt 81,1% khối lượng P₂O₅ ban đầu, thấp hơn so với sử dụng axit có hàm lượng (P₂O₅) 45%. Điều này chứng tỏ việc sử dụng axit có nồng độ càng cao thì tỷ lệ thu hồi DAP giảm tương ứng. Do đó, như nêu trên hàm lượng axit tốt hơn là nằm trong khoảng từ 45 đến 49%.

Khối lượng bã rắn thu được 2300 kg bã rắn, chiếm 23% tổng khối lượng của dung dịch axit trích ly đã cô đặc ban đầu, trong đó lượng P₂O₅ còn lại trong bã chiếm 18,9% khối lượng P₂O₅ ban đầu.

Bảng 10: Chất lượng phân bón DAP

được sản xuất từ dung dịch axit H₃PO₄ đã tách cặn lơ lửng theo bảng 8

N tổng	P ₂ O ₅	N.P	Cd
19,75% khối lượng	50,48% khối lượng	70,23% khối lượng	0,0 ppm/kg

Từ bảng 10 ta thấy sau khi lọc loại bỏ tạp chất thì hàm lượng DAP đạt tổng dinh

đường rất cao, mà cao hơn sản phẩm DAP 64% theo tiêu chuẩn (chứa 18% khối lượng là N tổng và 46% khối lượng là P_2O_5 tổng).

Ví dụ 3: Xử lý bã rắn SS thu được ở ví dụ 1 thành phân lân (P_2O_5), phân N.P hoặc phân NPK.

(v) Khử axit H_3PO_4 dư có trong phần bã rắn thu được ở bước (iv) của ví dụ 1.

Trộn đều 1800 kg bã rắn của ví dụ 1 với 144 kg quặng apatit hàm lượng $P_2O_5 = 32\%$ (tương ứng với 8% so với khối lượng bã rắn) trên máy ép đùn trục vít như được thể hiện trên Hình 1. Để các cấu tử bã và quặng được trộn đều và đồng thời để axit thâu sâu vào hạt quặng nhằm phân hủy hoàn toàn apatit, có thể cho sản phẩm chạy qua máy ép đùn từ 2 - 5 lần. Sau khi trộn, lưu sản phẩm 36 giờ, thu được 1944 kg bán sản phẩm để sản xuất phân lân (P_2O_5), phân N.P hoặc phân NPK. Sau khi khử axit H_3PO_4 dư tự do, lúc này hàm lượng P_2O_5 trong bán thành phẩm giảm xuống, đạt:

$$P_2O_5 = \frac{(0,371 \times 1800 + 0,32 \times 144) \times 100}{1944} = 36,7\%$$

(vi) Sản xuất phân lân (P_2O_5) từ bán thành phẩm thu được ở bước (v)

Lân có thể được sản xuất theo yêu cầu về hàm lượng P_2O_5 . Hàm lượng P_2O_5 tối đa đạt được bởi phương pháp theo sáng chế tương ứng với tỷ lệ trộn cứ 0,5 phần $CaSO_4.1/2H_2O$ khô với 1 phần bán thành phẩm đã khử axit dư. Theo đó, hàm lượng P_2O_5 tối đa thu được $= \frac{36,7\%}{1,5} = 24,4\%$. Lượng $CaSO_4.1/2H_2O$ không nên nhỏ hơn 0,5 phần so với 1 phần bán thành phẩm vì khi đó lượng muối $CaSO_4$ không đủ để trao đổi với các muối kim loại khác có trong bán thành phẩm, do đó khi hòa vào nước các muối kim loại sẽ thành muối phosphat bền, dẫn đến mất P_2O_5 và sản phẩm khó sấy khô. Nếu lượng $CaSO_4.1/2H_2O$ lớn 1,5 phần so với 1 phần bán thành phẩm, thì hàm lượng P_2O_5 nhỏ < hàm lượng tối thiểu 16% theo Tiêu chuẩn quốc gia TCVN 4440:2018 về Phân supe phosphat đơn.

- Sản xuất lân với hàm lượng P_2O_5 tối đa = 24,4%

Lượng $CaSO_4.1/2H_2O$ cần lấy là: 1944 kg bán thành phẩm $\times 0,5 = 972$ kg $CaSO_4.1/2H_2O$

Trộn đều 1944 kg bán thành phẩm với 972 kg $CaSO_4.1/2H_2O$ trên máy ép đùn trục vít như được thể hiện trên Hình 1, thu được 2916 kg lân thành phẩm. Để các cấu tử bã trong bán thành phẩm và $CaSO_4.1/2H_2O$ được trộn đều, có thể cho sản phẩm chạy qua máy ép đùn từ 2 - 5 lần.

Bảng 11: Kết quả phân tích chất lượng lân với hàm lượng P_2O_5 tối đa = 24,4%

P_2O_5 tổng	P_2O_5 hữu hiệu	Axit H_3PO_4 tự do	Độ ẩm
24,4%	22,7%	1,3%	4,7%

Từ kết quả trên ta thấy P_2O_5 hữu hiệu đạt 93%.

- Sản xuất lân hàm lượng P_2O_5 tối thiểu = 16%

Để sản xuất lân có hàm lượng P_2O_5 tối thiểu 16%, thì tổng số phần khối lượng của bán thành phẩm + $CaSO_4.1/2H_2O$ sau khi trộn = $\frac{36,7}{16} = 2,29$ (phần). Tức là tỷ lệ khối lượng bán thành phẩm : $CaSO_4.1/2H_2O$ trong trường hợp này sẽ là 1 : 1,29.

Tổng khối lượng sản phẩm lân có hàm lượng P_2O_5 tối thiểu = 16% là:

1944 kg bán thành phẩm + (1,29 x 1944) kg $CaSO_4.1/2H_2O$ = 4451 kg.

Cách thức tiến hành:

Bước 1: trộn đều tổng lượng bán thành phẩm với $\frac{1}{2}$ lượng $CaSO_4.1/2H_2O$ trên máy ép dùn từ 3 đến 5 lần. Với tỷ lệ trộn này thì lân đủ độ ẩm cho máy hoạt động và đủ môi trường cho các phản ứng trao đổi.

Bước 2: bổ sung lượng $CaSO_4.1/2H_2O$ còn lại và trộn đều. Trong bước này, $CaSO_4.1/2H_2O$ đóng vai trò như chất độn và là chất làm khô. Sản phẩm lân thu được không cần sấy.

Bảng 12: Kết quả phân tích chất lượng lân với hàm lượng P_2O_5 tối thiểu = 16%

P_2O_5 tổng	P_2O_5 hữu hiệu	Axit H_3PO_4 tự do	Độ ẩm
16%	14,8%	1,49%	2,7%

Từ kết quả trên ta thấy P_2O_5 hữu hiệu đạt 92,5%.

(vii) Sản xuất phân N.P

Trộn đều bán thành phẩm từ bước (v) với amoni sulfat theo tỷ lệ khối lượng bán thành phẩm : amoni sulfat bằng 1 : 1.

Khối lượng phân N.P thu được = 1944 kg bán thành phẩm + 1944 kg amoni sunfat = 3888 kg.

Bảng 13: Kết quả phân tích chất lượng phân N.P

P_2O_5 tổng	P_2O_5 hữu hiệu	Nitơ	Axit H_3PO_4 dư	Độ ẩm
18,3%	17,21%	10,5%	1,51	5,67%

Từ kết quả trên ta thấy P_2O_5 hữu hiệu đạt 94%.

Ví dụ 4: Xử lý bã rắn SS thu được ở ví dụ 2 thành phân NPK.

Trộn đều 2300 kg bã rắn của ví dụ 2 với 345 kg quặng apatit hàm lượng $P_2O_5 = 32\%$ (tương ứng với 15% so với khối lượng bã rắn) trên máy ép đùn trục vít như được thể hiện trên Hình 1, để khử axit H_3PO_4 dư tự do có trong phần bã rắn.

Để các cấu tử bã và quặng được trộn đều và đồng thời để axit thấm sâu vào hạt quặng nhằm phân hủy hoàn toàn apatit, có thể cho sản phẩm chạy qua máy ép đùn từ 2 - 5 lần. Sau khi trộn, lưu sản phẩm 36 giờ, thu được 2645 kg bán sản phẩm. Sau khi khử axit H_3PO_4 dư tự do, lúc này hàm lượng P_2O_5 trong bán thành phẩm giảm xuống, đạt:

$$P_2O_5 = \frac{(0,397 \times 2300 + 0,32 \times 345) \times 100}{2645} = 38,5\%$$

Để sản xuất phân N.P có hàm lượng P_2O_5 hữu hiệu bằng 15%, thì tổng số phần khối lượng của bán thành phẩm + amoni sulfat sau khi trộn $= \frac{38,5}{15} = 2,4$ (phần). Tức là tỷ lệ khối lượng bán thành phẩm : amoni sulfat trong trường hợp này sẽ là 1 : 1,4.

Tổng khối lượng sản phẩm phân N.P là:

$$2645 \text{ kg bán thành phẩm} + (1,4 \times 2645) \text{ kg amoni sulfat} = 6348 \text{ kg.}$$

Trong 6348 kg phân N.P:

- Hàm lượng N (từ amoni sulfat) = 12,25%

- $P_2O_5 = 15\%$.

Phân N.P nêu trên được sấy khô và được trộn với 634 kg KCl (10%), thu được $6348 + 634 = 6982 \text{ kg}$ phân N.P.K.

Hàm lượng các dinh dưỡng trong phân N.P.K là như sau:

$$N = 12,25\% \times 0,9 = 11\%$$

$$P_2O_5 \text{ hữu hiệu} = 15\% \times 0,9 = 13,5\%$$

$$K_2O = 634/6982 \times 0,62 \times 0,9 = 5\%$$

Do đó, theo ví dụ này, đã thu được phân N.P.K (11 – 13,5 – 5).

Hiệu quả đạt được của sáng chế

Bằng phương pháp theo sáng chế, tỷ lệ thu hồi dung dịch axit H_3PO_4 đạt tiêu chuẩn để sản xuất DAP từ 80 đến 85%, cao hơn so với tỷ lệ thu hồi từ 25 đến 40% bằng phương pháp lắng đã biết. Theo đó, từ cùng một nguyên liệu là dung dịch axit H_3PO_4 trích ly sau cô đặc, sản lượng DAP tăng lên do phương pháp theo sáng chế chỉ tạo ra 15 đến 20% lượng axit H_3PO_4 kém chất lượng (nằm trong bã), thấp hơn nhiều so với tỷ lệ

60 đến 75% theo phương pháp lắng.

Bằng việc sử dụng dung dịch axit H_3PO_4 thu hồi được theo sáng chế, chất lượng phân bón DAP đảm bảo đạt chuẩn tối thiểu $\text{N}=18\%$, $\text{P}_2\text{O}_5 = 46\%$ theo yêu cầu của khách hàng.

Bằng phương pháp theo sáng chế, phần bã rắn sau khi lọc tách được xử lý thành bán sản phẩm để từ đó làm nguyên liệu sản xuất phân lân (P_2O_5), phân N.P hoặc phân NPK. Đối với quy trình sản xuất DAP thông thường, lượng cặn sau lắng tự nhiên chỉ sản xuất được phân N.P chất lượng thấp. Tuy nhiên, bán thành phẩm theo sáng chế không những tạo ra được phân N.P chất lượng cao hơn, mà còn tạo ra được các dòng sản phẩm chất lượng cao khác như lân và phân N.P.K. Điều này tạo ra các giá trị gia tăng cho các nhà máy sản xuất phân bón.

Yêu cầu bảo hộ

1. Phương pháp lọc tạp chất trong axit H_3PO_4 trích ly đã cô đặc mà được dùng để sản xuất phân bón diamoni phosphat (DAP) nhằm nâng cao hàm lượng của phân bón này và đồng thời xử lý bã rắn sau lọc thành phân lân, phân N.P và phân NPK, phương pháp này bao gồm các bước:

(i) chuẩn bị axit H_3PO_4 trích ly đã cô đặc có hàm lượng, tính theo P_2O_5 , nằm trong khoảng từ 45% đến 49% và có nhiệt độ nằm trong khoảng từ 45 đến $100^\circ C$;

(ii) chuẩn bị dung dịch hỗn hợp chất keo tụ bằng cách pha polyacrylamit (PAM), dạng cation hoặc kết hợp cation và anion, với Na_2S trong nước, trong đó tỷ lệ nước : PAM : Na_2S được sử dụng cho mỗi tấn axit H_3PO_4 đã cô đặc tương ứng là (12,5-20 lit) : (60-70 g) : (20-50 g);

(iii) cho dung dịch hỗn hợp chất keo tụ thu được ở bước (ii) vào dung dịch axit H_3PO_4 đã cô đặc ở bước (i) theo tỷ lệ từ 12,5 đến 20,0 lit cho mỗi tấn axit H_3PO_4 đã cô đặc và khuấy đều, để keo tụ, tạo bông cặn lơ lửng;

(iv) tách rắn/lỏng dung dịch thu được từ bước (iii), dung dịch axit H_3PO_4 sạch thu được sau khi tách được dùng để sản xuất DAP, trong đó tỷ lệ thu hồi dung dịch axit H_3PO_4 đạt tiêu chuẩn để sản xuất DAP là từ 80 đến 85% và hàm lượng SS trong dung dịch sau lọc $< 1\%$;

(v) khử axit H_3PO_4 dư có trong phần bã rắn thu được ở bước (iv) bằng cách thêm từ 8% đến 25% quặng apatit cỡ hạt 65-70 μm có hàm lượng P_2O_5 nằm trong khoảng từ 30% đến 42% vào tổng khối lượng bã rắn, trộn đều, và lưu trong 24 đến 72 giờ, để xử lý bã rắn thành bán sản phẩm sản xuất phân lân (P_2O_5), phân N.P và phân NPK;

(vi) sản xuất phân lân (P_2O_5) bằng cách trộn đều bán thành phẩm từ bước (v) với $CaSO_4.1/2H_2O$ khô theo tỷ lệ khối lượng bán thành phẩm : $CaSO_4.1/2H_2O$ khô nằm trong khoảng từ 1 : 0,5 đến 1 : 1,5;

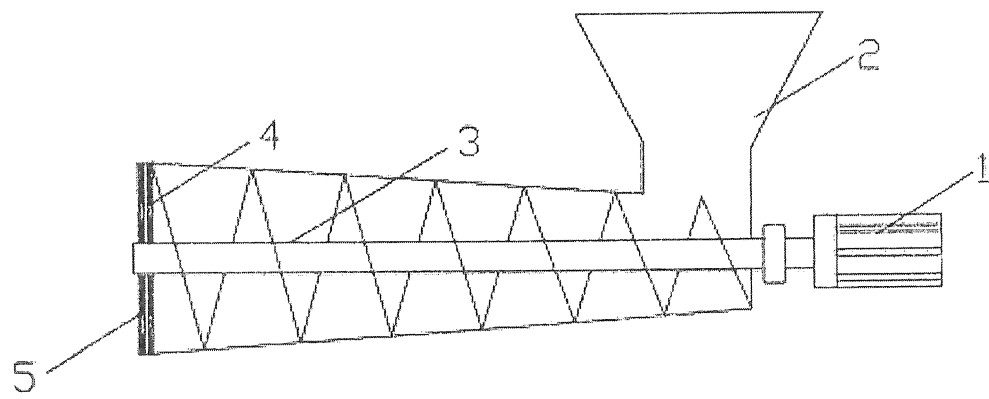
(vii) sản xuất phân N.P bằng cách trộn đều bán thành phẩm từ bước (v) với amoni sulfat - $(NH_4)_2SO_4$ theo tỷ lệ khối lượng bán thành phẩm : amoni sulfat nằm trong khoảng từ 1 : 0,5 đến 1 : 2; và

(viii) sản xuất phân NPK, tùy theo yêu cầu hàm lượng K_2O nhiều hay ít, bằng cách trộn phân N.P thu được từ bước (vii) với kali clorua (KCl).

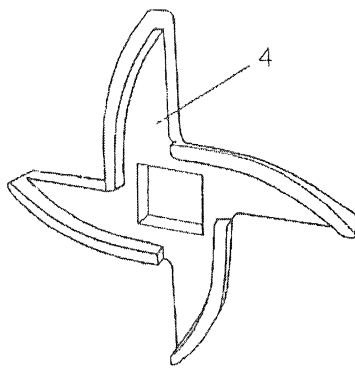
2. Phương pháp theo điểm 1, trong đó ở bước (vi), phân lân thu được được sấy đến độ ẩm theo yêu cầu của khách hàng và nghiền mịn để thu được phân lân P_2O_5 thành phẩm.

3. Phương pháp theo điểm 1 hoặc 2, trong đó ở bước (vii), phân N.P thu được được sấy đến độ ẩm theo yêu cầu của khách hàng và nghiền mịn để thu được phân N.P thành phẩm.
4. Phương pháp theo điểm bất kỳ trong số các điểm nêu trên, trong đó ở bước (ii), tỷ lệ nước : PAM : Na_2S được sử dụng cho mỗi tấn axit H_3PO_4 đã cô đặc là 15 lít : 65 g : 30 g.
5. Phương pháp theo điểm bất kỳ trong số các điểm nêu trên, trong đó ở bước (ii), tỷ lệ khối lượng của PAM dạng anion : PAM dạng cation nằm trong khoảng từ $\frac{1}{13}$ đến $\frac{1}{11}$.
6. Phương pháp theo điểm 5, trong đó tỷ lệ khối lượng của PAM dạng anion : PAM dạng cation là $\frac{1}{12}$.

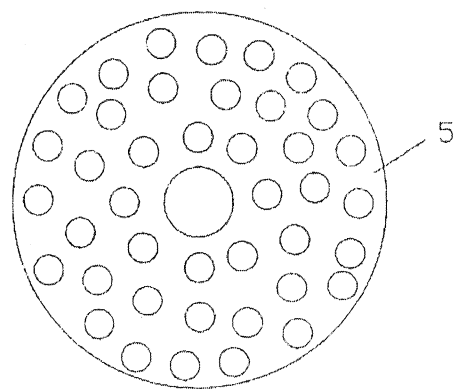
1/1



Hình 1



Hình 2



Hình 3