

多级搅拌浸取-洗涤塔及其 在稀土矿浸洗中的应用^①

张 京 林 平 赵 兵 卢立柱

(中国科学院化工冶金研究所)

摘 要

多级搅拌浸取-洗涤塔是根据集逆流浸出和逆流洗涤作用于一塔的原则研制的。通过对塔内液体停留时间分布进行的研究和结合扩散模型对 $\bar{t}$ 、 σ^2 与 Pe 准数等进行的计算,表明该模型适用于多级搅拌浸取-洗涤塔,并在对粒度范围为-40~-120 目的稀土矿进行浸取时,达到 92% 以上的浸取率,洗涤效果也小于 0.060,不仅增加了稀土的回收率,而且减少了对环境的污染。

关键词: 停留时间分布,稀土,浸取-洗涤塔

在化工和湿法冶金工业中,浸取固体颗粒的反应器有适用于固-液体体系的全混式搅拌釜^[1-5],适用于气-液-固体体系的巴秋卡槽(Pachuca tank)^[6],适用于气-固或液固体体系的流态化浸取反应器^[7-9]。它们的浸取和洗涤都是在多个反应器内分别进行的,故结构较复杂,本研究的目的在于使稀土矿的浸取和洗涤过程同在反应器中完成,使稀土浸出液直接进入溶剂和在矿浆萃取塔进行富集。

1 实验设备及方法

实验装置见图 1。其塔体由有机玻璃制成,内径 82 mm,塔高 1 148 mm,内设 10 个内径 50 mm 的挡板圆环。塔顶澄清室和塔底沉降室的体积为混合室体积的二倍。固相物料自上而下流经塔体,在浸取段先和浸取剂充分搅拌接触,完成浸取,然后流经洗涤段,最后进入塔底沉降室形成浓相沉降层,并由装有洗涤液分布器的锥形拌料器排出。液相由塔顶

溢流口流出至沉降槽,也可以直接进入溶剂在矿浆萃取塔对稀土进行富集。

实验中,采用“开式”脉冲示踪测定方法,用饱和氯化钠溶液作示踪剂,用电导率仪检测浓度响应曲线。在电导率仪上输出的电信号经放大器和 A-D 转换器输入计算机。应用计算机由浓度响应曲线对液体的停留时间分布进行计算。

在进行浸取和洗涤实验时,采用某稀土矿原矿,经过筛分,其粒度范围在-40~-120 目之间,粒度分配见表 1。

表 1 稀土矿粒度分配表

粒度(目)	+40	40~60	60~80	80~100	100~120	-120
wt.-%	44.40	18.30	9.50	15.96	5.93	5.92

采用间歇操作,并于 $\bar{t}$ 时刻取溢流液分析稀土总量,固相排料后,过滤分析其底流夹带液中的稀土总量。在此, $\bar{t}$ 表示数学期望,即平均停留时间(s)。

应用等离子光谱计(ICAP 9000SP)分析稀土总量。

^①本课题由国家自然科学基金及北京中关村地区联合分析测试中心资助,于 1992 年 2 月 17 日收到

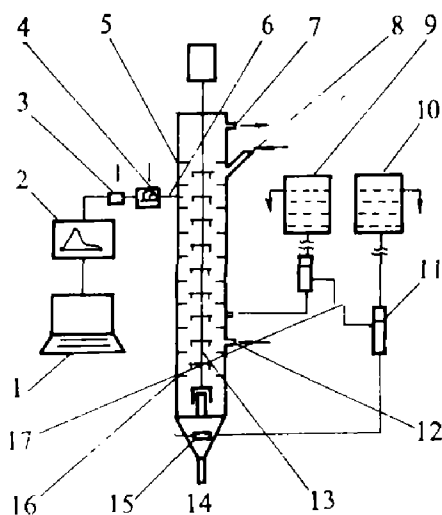


图1 实验装置简图

- 1—微机; 2—记录仪; 3—放大器、A/D转换器;
4—电导仪; 5—塔体; 6—电导电极; 7—溢流液出口;
8—矿浆入口; 9—浸取液贮槽; 10—洗涤液贮槽;
11—矿浆入口; 12—示踪剂入口; 13—搅拌轴;
14—固相出口; 15—洗液分布器; 16—隔板; 17—流量计

2 结果与讨论

2.1 停留时间分布

物料在多级搅拌浸取-洗涤塔中的停留时间分布随操作条件的不同而不同。由于停留时间 t 的密度分布函数为 $E(t) = Q / Cq$ (在此, Q —液体流量, l/h ; C —示踪剂浓度, kg/l ; q —示踪剂总量, kg), 而示踪剂的浓度 c 与电导率仪的输出电压 U 一一对应, 所以 $E(t)-t$ 曲线与 $U-t$ 曲线是一致的。在不同转速和不同流量下的浓度响应曲线如图2-图8所示。

图2—图4表明, 在转速(n)一定的情况下, 随着流量(Q)的增加, 其峰值出现提前, 曲线变得窄而且高, 返混程度减小。因为随着流量的增加, 原来具有返混的流体微元还来不及与新流体混合就被排走, 从而使具有不同停留时间的流体微元相互混合的机会减小, 返混也就自然减小了。

图5—图8表明, 随着转速的增加, 曲线开始变化的时间减小, 这说明有个别微元“短

路”, 且峰值提前出现, 曲线变得矮而且宽, 因为随着转速的增加, 塔内对流扩散加强, 不仅使具有相同停留时间的流体微元混合更加充分, 而且使具有不同停留时间的流体微元也混合得更加充分, 故相邻两混合室之间的返混程度加大。

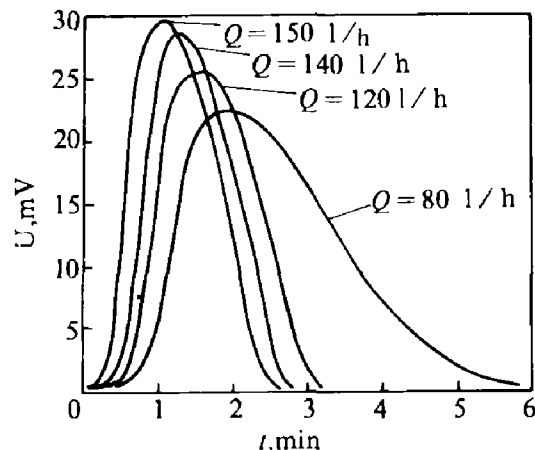


图2 示踪法浓度响应曲线图

(n = 150 rpm)

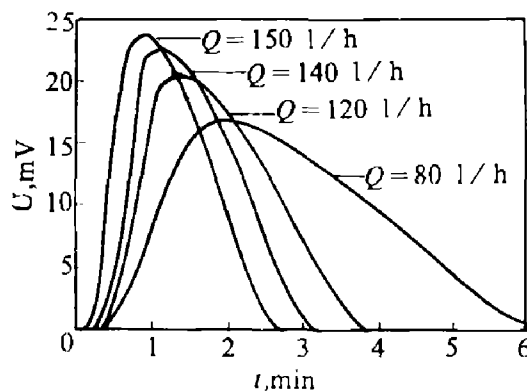


图3 示踪法浓度响应曲线图

(n = 300 rpm)

在小流量下, 如 $Q = 80 l/h$, 曲线有拖长尾巴的现象, 这是由于设备内有“死角”, 且该“死角”内的流体微元被新流体微元置换过于缓慢所致。

在相同实验条件下, 此过程的 RDT 函数 $E(t)$ 可通过计算机采样求得, 并依下列各式计算 $\hat{t}$ 、 σ_t^2 和 Pe 准数:

$$\hat{t} = \int_0^{\infty} t E(t) dt \quad (1)$$

$$\sigma_t^2 = \int_0^{\infty} t^2 E(t) dt \quad (2)$$

$$\sigma^2 = \sigma_t^2 / t_2 \quad (3)$$

式中 t —数学期望,即平均停留时间(s);

σ_t^2 —方差;

σ —标准方差;

由于本系统采用“开式”容器脉冲注入方法,在返程较大的情况下,Peclet 准数 Pe 与 σ^2 有如下关系:

$$\sigma^2 = 2 / Pe + 8(1 / Pe)^2 \quad (4)$$

如果系统返混较小, $E(t)$ 曲线的形状受边界条件的影响较小,无论系统是“开式”操作或“闭式”操作,都有

$$\sigma^2 = 2 / Pe \quad (5)$$

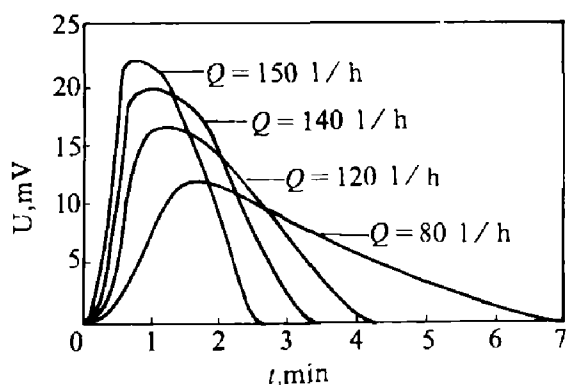


图4 示踪法浓度响应曲线
($n = 450 \text{ rpm}$)

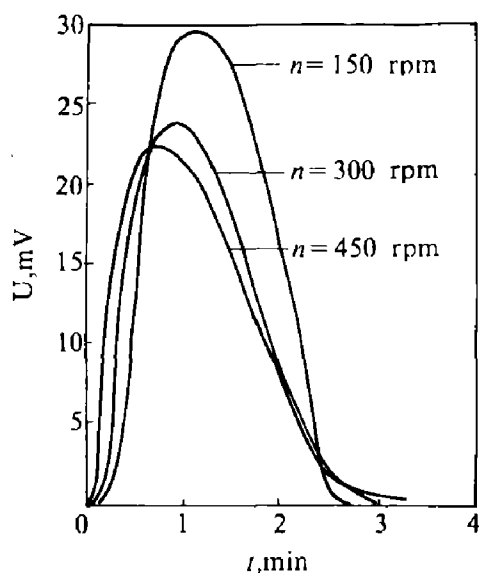


图5 示踪法浓度响应曲线
($Q = 150 \text{ l/h}$)

2.2 稀土矿的浸取

使用硫酸铵浸取稀土矿,不但能获得较快的交换速率,且不存在环境污染和土壤贫脊化的问题。针对该稀土矿的矿石性质,经过筛分,选取-40~-120目的稀土矿粒,采用浓度为2%的硫酸铵溶液实行浸取,其液固比为3:1,在静置浸取条件下,浸取时间(t)对浸取率(E_{Re})的影响如图9所示。从该图可以看出,浸取2 min以后,稀土浸取 E_{Re} 率便达90%以上,且不随时间的变化而出现较大的波动。采用搅拌浸取方式的实验发现其第一次浸取的浸取率也在90%以上,其浸取速率非常之快又几乎不与时间相关。经检查,一次浸取后原矿中的稀土已基本上被浸出,经二次浸

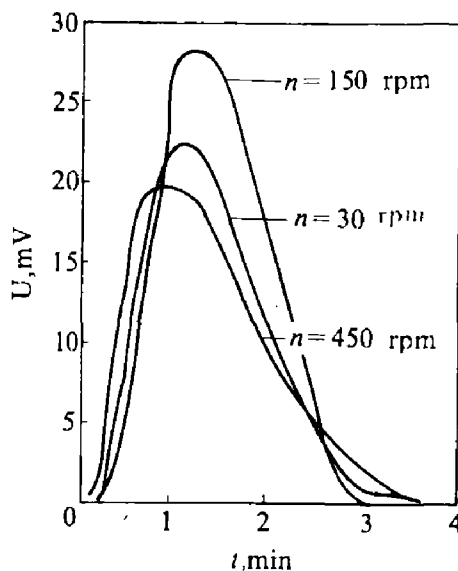


图6 示踪法浓度响应曲线
($Q = 140 \text{ l/h}$)

表2 不同操作条件下的计算结果

Q (l/h)	n (rpm)	实验 次数	$\hat{t}$ (s)	σ_t^2	σ^2	Pe_1^*	Pe_2^*
150	150	1	74.01	588.3	0.1074	22.01	18.62
		2	78.68	634.1	0.1024	22.93	19.52
		3	76.13	616.6	0.1064	22.19	18.79
140	150	1	81.84	711.6	0.1063	22.21	18.81
		2	81.05	727.5	0.1115	21.43	18.06
		3	81.83	732.7	0.1092	21.65	18.19
120	150	1	91.29	931.6	0.1118	21.26	17.54
		2	91.41	952.5	0.1114	21.90	17.25
		3	93.24	1 007.8	0.1159	21.64	17.89
80	150	1	146.5	3228.8	0.1504	16.52	12.87
		2	142.8	3170.9	0.1554	16.07	12.99
		3	141.0	3061.1	0.1539	16.20	13.40
150	300	1	75.49	739.9	0.1298	18.70	16.16
		2	78.40	760.6	0.1237	19.48	15.40
		3	78.91	803.2	0.1289	18.80	15.51
140	300	1	83.48	1014.1	0.1455	16.98	13.74
		2	85.71	999.8	0.1361	17.97	14.70
		3	86.04	1 063.7	0.1437	17.16	13.92
120	300	1	97.14	1519.3	0.1611	15.60	12.42
		2	99.29	1523.6	0.1554	16.14	12.94
		3	96.31	1397.7	0.1510	16.49	13.27
80	300	1	147.7	4195.2	0.1992	13.49	10.41
		2	148.3	4367.8	0.1986	13.13	10.07
		3	153.2	4850.4	0.2066	12.72	9.680
150	450	1	81.26	655.7	0.1291	18.78	15.45
		2	80.79	717.9	0.1432	17.21	13.96
		3	85.78	819.7	0.1427	17.25	14.01
140	450	1	93.80	1320.4	0.1680	15.03	12.72
		2	94.85	1333.4	0.1482	16.72	13.49
		3	84.23	1298.7	0.1838	14.04	10.93
120	450	1	102.3	2175.1	0.2077	12.67	9.629
		2	107.3	2418.0	0.2098	12.56	9.529
		3	106.7	2302.3	0.2023	12.94	9.885
80	450	1	163.1	7556.2	0.2643	10.46	7.567
		2	163.9	6973.4	0.2595	10.61	7.708
		3	160.7	6567.4	0.2542	10.79	7.869

*: Pe_1 、 Pe_2 分别由(4)、(5)两式计算而得。

另外,按设备总体积除以流量所得到的平均停留时间 θ 和由RDT测得的 t 不相等,这是由于设备内有“死角”,使有效储液量和设备总体积不相等所致。

取后则全部被浸出，故以下的实验以一次浸出为准。

稀土的浸取率也随硫酸铵浓度的增加而增加，如表3所示。

表3 (NH₄)₂SO₄ 浓度对稀土浸取率 E_{Re} 的影响

(NH ₄) ₂ SO ₄ 浓度(%)	1	2	3	4	5
E _{Re} (%)	90.8	92.0	95.1	95.7	96.4

然而综合考虑稀土浸取率和试剂消耗等关系之后，以选择浓度为2%的(NH₄)SO₄ 较为适宜。

表4列出了稀土矿在多级搅拌浸取-洗涤塔中的实验条件和浸洗结果。从表4可以看出，稀土矿的浸取率(E_{Re})均在92%以上,其残

液中的稀土浓度(C_d)与浸取液中的稀土浓度(C_e)之比在0.06以下。在实验操作条件下，能稳定地形成稀、浓两相床层，其界面稳定，具有“级间不返混作用”，从而达到良好的洗涤效果。固相排料中液相夹带量(L_s)也小于30%，可适用于连续操作条件下的浸洗。还对溢流液中的“跑浑量”进行了测定，转速增大，“跑浑量”(S_L)也随之增加。结合稀土矿的浸洗和矿粒在塔中的流动情况，以搅拌转速为300 rpm为宜。改变洗液流量Q_w与浸取液流量Q_L之比，洗涤效果有所改变。从表4中实验序号为2、6、4、7和5、8的实验结果可以看出，洗涤液流量Q_w和浸取液流量Q_L之比由3：1变为2：1时，C_d/C_e有所增加，洗涤效果下降。实验结果表明在本实验范围内所用的洗液与浸取液流量之比，都是可行的，因为此比值如过大，会造成柱身浓度梯度的变化，引起浸洗效果下降。

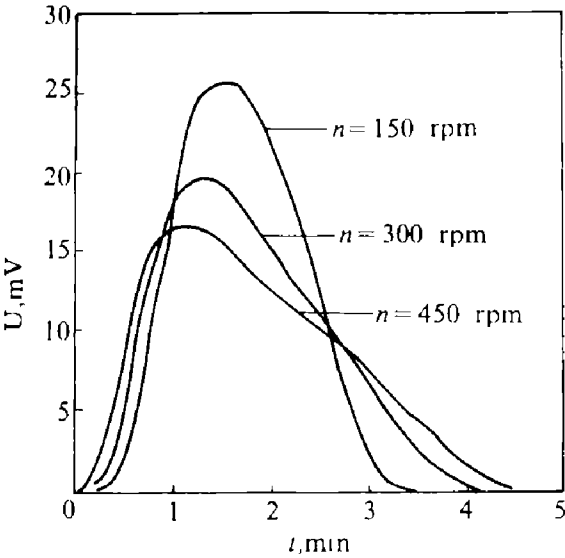


图7 示踪法浓度响应曲线
(Q = 120 l/h)

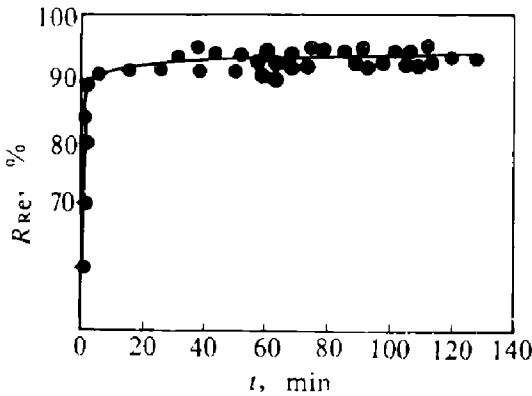


图9 稀土矿静置浸取时间曲线

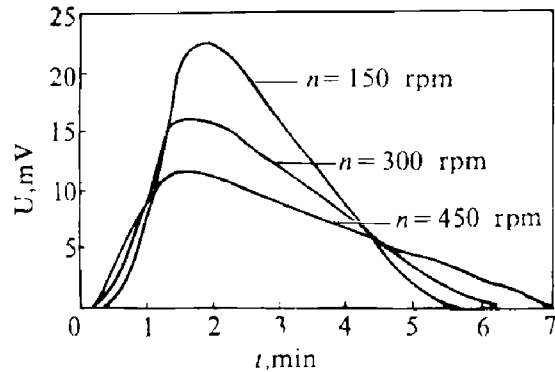


图8 示踪法浓度响应曲线
(Q = 80 l/h)

3 结论

多级搅拌浸取-洗涤塔内的液体流动中，相邻两级之间既有正向流动，又有逆向返混，其返混程度与搅拌速度和液体流量有关。实验结果表明，可以用具有返混的扩散模型来描述，从而为这种类型的反应器设计和选择最佳操作条件提供依据。

多级搅拌浸取-洗涤塔集浸取和洗涤于一塔，结构简单，操作方便。在本实验范围内，

表4 稀土矿浸洗实验条件和实验数据结果

实 验 序 号	Q_w (l/h)	Q_L (l/h)	Q_p^* (Kg/h)	C_p^* (%)	n (rpm)	C_e (ppm)	C_d (ppm)	C_{Re} (ppm)	S_L (Kg/l)	L_S (v/v%)	C_d/C_e	E_{Re} (%)
1	120	40	106	50	450	16.98	0.8922	18.39	0.060	74.0	0.052	92.3
2	120	40	106	50	300	18.68	0.8966	20.13	0.0553	72.1	0.048	92.3
3	120	40	106	50	150	19.30	0.8777	20.75	0.0491	75.2	0.045	93.0
4	90	30	80	50	300	21.60	0.9536	23.20	0.0501	70.7	0.044	93.1
5	60	20	53	50	300	18.42	0.8722	19.89	0.0506	80.2	0.047	92.6
6	100	50	100	50	300	16.77	0.9720	18.21	0.0496	66.3	0.058	92.1
7	80	40	80	50	300	21.05	1.158	22.85	0.0573	70.4	0.055	92.1
8	60	30	60	50	300	20.20	1.151	21.79	0.0369	74.1	0.057	92.7
9	40	20	40	50	300	20.72	0.9862	22.23	0.0289	70.3	0.048	93.2

* 所有样品均稀释一倍。 Q_p —矿浆流量； C_p —矿浆浓度

沉降室中可形成具有“级间不返混”的稀、浓两相床层，其界面稳定，能保证洗液充分的洗涤，从而减少稀土的损失。在适当的操作条件下，既可以达到较高的浸取率，又可以达到良好的洗涤效果。

参 考 文 献

- 1 Levenspiel O. Chemical Reaction Engineering. John Wiley and Sons. Inc., New York, 1972
- 2 叶岁生等. 化学工程, 1983, (4): 66
- 3 郭灵虹, 杨守志. 化学工程, 1991, 19(1): 27
- 4 Holland F A. Fluid Flow for Chemical Engineering, 1973
- 5 陈敏恒, 袁渭康, 陈良恒. 科学通报, 1963(11): 51
- 6 王玉春, 杨守志. 化工学报, 1991, (2): 201
- 7 Liou Chingtien et al.. Journal of the Chin. I. Ch. E., 1991, 22: 2
- 8 Liou Chingtien et al.. Journal of the Chin. I. Ch. E., 1991, 22: 3
- 9 郭慕孙, 流态化浸取和洗涤. 北京: 科学出版社, 1979
- 10 李启兴等, 化学反应工程学基础—数学模拟法. 北京: 人民教育出版社, 1981