

ГОСУДАРСТВЕННАЯ КОРПОРАЦИЯ «РОСАТОМ»
АКЦИОНЕРНОЕ ОБЩЕСТВО
«ВЕДУЩИЙ НАУЧНО-ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ ИНСТИТУТ
ХИМИЧЕСКОЙ ТЕХНОЛОГИИ»

На правах рукописи



Майников Дмитрий Вячеславович

ПОВЫШЕНИЕ ЭФФЕКТИВНОСТИ ПРОЦЕССА КЛАССИФИКАЦИИ И
ОТМЫВКИ ПРОДУКТОВ ВЫЩЕЛАЧИВАНИЯ РУД НА ОСНОВЕ
ИСПОЛЬЗОВАНИЯ КОЛОННЫХ АППАРАТОВ С ПУЛЬСАЦИОННЫМ
ПЕРЕМЕШИВАНИЕМ

25.00.13 – Обогащение полезных ископаемых

Диссертация на соискание ученой степени кандидат технических наук

Научный руководитель:

кандидат технических наук, в.н.с.

Толкачев В.А.

Москва – 2017

Оглавление

Введение.....	4
Глава 1 Процессы и аппараты классификации и промывки в гидрометаллургии урана, цветных и редких металлов.....	9
1.1 Многоступенчатые способы классификации измельченного твердого материала по заданному граничному зерну, выделения и промывки песков.....	9
1.2 Промывка флокулированных пульп в колонных аппаратах со взвешенным слоем осадка и в аппаратах с пульсационным перемешиванием.....	14
1.3 Использование колонных аппаратов с пульсационным перемешиванием для классификации, выделения и промывки песков в гидрометаллургии урана, цветных и редких металлов.....	21
Выводы по главе 1.....	27
Глава 2 Лабораторные исследования процессов классификации твердого материала, выделения и промывка песков.....	29
2.1 Характеристика лабораторной установки, методика проведения экспериментов.....	29
2.2 Исследование влияния основных параметров работы аппарата на эффективность процесса.....	36
2.3 Оценка эффективности классификации.....	42
2.4 Влияние отрицательного эффекта продольного перемешивания на процессы диффузионной промывки в колонных аппаратах.....	46
2.5 Оптимизация процесса классификации твердого материала с одновременной отмывкой растворимых веществ от песков.....	52
2.6 Определение расчетной зависимости содержания песков в сливе от величины удельной нагрузки по твердой фазе и высоты плотного слоя.....	54
Выводы по главе 2.....	58
Глава 3 Разработка и исследования новых приемов организации процессов классификации твердого материала, выделения и промывки песков.....	60
3.1 Новый способ регулирования процесса при накоплении и поддержании плотного слоя песков.....	60
3.2 Влияние скорости восходящего потока промывного раствора на эффективность процессов классификации и промывки.....	65
Выводы по главе 3.....	69
Глава 4 Результаты полупромышленных испытаний.....	70
4.1 Полупромышленные исследования процессов классификации, выделения	

и промывки песков на ОХТЗ АО «ВНИИХТ».....	70
4.2 Исследования процессов классификации твердого материала и промывки песков в технологической схеме с загрузлением помола в опытном цехе ПАО «ППГХО».....	77
Выводы по главе 4.....	85
Глава 5 Расчет рабочей высоты колонных аппаратов.....	86
5.1 Использование приближенного метода расчета рабочей высоты колонного аппарата с учетом продольного перемешивания на основании диффузионной модели.....	86
5.2 Расчет высоты колонного аппарата с пульсационным перемешиванием с учетом накопления плотного слоя песков.....	94
Выводы по главе 5.....	100
Глава 6 Использование колонных аппаратов с пульсационным перемешиванием при гидрометаллургической переработке руд.....	101
6.1 Использование колонных аппаратов с пульсационным перемешиванием в технологической схеме с загрузлением помола для переработки руд Эльконского месторождения в опытном цехе ПАО «ППГХО».....	101
6.2 Рекомендации по использованию колонных аппаратов с пульсационным перемешиванием в технологических схемах переработки руд Эльконского месторождения на промышленном предприятии.....	103
6.3 Перспективы использования колонных аппаратов с пульсационным перемешиванием при гидрометаллургической переработке бериллийсодержащих руд.....	107
Выводы по главе 6.....	113
Общие выводы.....	114
Список условных обозначений.....	116
Список литературы.....	117
ПРИЛОЖЕНИЕ А. Акт о проведении опытно-промышленных испытаний.....	130
ПРИЛОЖЕНИЕ Б. Акт приемки колонного аппарата.....	132

Введение

Актуальность работы. Разразившийся в 2014 году политический кризис затронул экономическую составляющую взаимоотношений России с США, а также со странами ориентированными на Штаты, прежде всего с Канадой и Австралией, которые наравне с Казахстаном являются главными экспортерами урана на мировом рынке [1-3].

Политический кризис и сопутствовавшие ему экономические санкции показали уязвимость отечественного рынка в общем, и атомной промышленности в частности, и ее зависимость от иностранного сырья. В ответ на это правительство приступило к разработке и реализации «Программы импортозамещения» [4], которая направлена на сокращение присутствия на российском рынке и в российской промышленности иностранных материалов и продукции. Все это подтверждает необходимость делать ставку на собственное стратегическое сырье и развивать производство урановых руд внутри страны.

По прогнозам [5-7] Россия, занимающая по общим запасам сырья 3-4 место (около 9 % общемировых запасов) [8-11], обеспечена ураном до 2050 года на 88 %. При этом следует учитывать, что большинство предприятий за рубежом, а также АО «Далур» и АО «Хиагда» в России работают по технологии подземного выщелачивания (ПВ) [12-14], однако основные урановые запасы (6 % извлекаемых общемировых запасов) России сосредоточены в Эльконском рудном поле (Якутия), где уран представлен трудноскрываемым минералом – браннеритом [6, 15, 16].

Общие ресурсы Эльконского уранорудного района оцениваются в 600 тысяч тонн [17], но технологии ПВ к ним применить практически невозможно. Необходимо использовать традиционное вскрытие рудного материала в автоклавах [18]. Кроме того, затруднительно применять способ ионообменного извлечения ценного компонента из растворов, так как для этого требуется проводить отмывку ценного компонента и осветление маточного раствора в системе непрерывной противоточной декантации или фильтрационно-репульпационными методами. Однако в нашей стране отсутствуют предприятия по изготовлению промышленных ленточных вакуум-фильтров или фильтр-прессов с отжимными мембранами с большой площадью фильтрования, на которых можно было бы разделять пульпы с получением осветленных растворов, а крупногабаритные сгустители, которые устанавливаются на открытом воздухе, затруднительно использовать в суровых климатических условиях Якутии.

Решением поставленной задачи является использование после выщелачивания процесса сорбции из пульп. Сорбционный способ переработки пульп и его аппаратное оформление отработаны на отечественных крупнотоннажных предприятиях и его использование является

более предпочтительным по сравнению со способом извлечения ценных компонентов сорбцией из растворов.

Однако при использовании процесса сорбции из пульп и загрузлении помола возникает задача классификации твердого материала, выделения и промывки песков с целью удаления крупнодисперсной фракции, которая истирает ионообменные смолы и накапливается в «мертвых зонах» сорбционных аппаратов.

Ранее [19, 20] в гидрометаллургии урана при переработке руд по «песковой» схеме с загрузлением помола до крупности 0,3-0,4 мм (и более) процессы разделения твердого материала, выделения и промывки песков перед сорбцией из пульп осуществляли в многоступенчатой системе спиральных классификаторов и гидроциклонов. Эти способы подготовки пульп к процессу сорбции имеют целый ряд существенных недостатков: характеризуются невысокой эффективностью отмывки, требуют несколько ступеней промывки и более высокого удельного расхода промывного раствора для достижения приемлемых результатов отмывки растворимых веществ, а также высоких затрат, связанных с ремонтом оборудования. Следует сказать, что помимо этого промышленные спиральные классификаторы занимают значительные площади в цехах, а также классификаторы, гидроциклоны и насосы, перекачивающие пульпу, постоянно подвергаются истиранию за счет воздействия песков. Вышеперечисленные недостатки снижают эффективность применения этих аппаратов для процессов классификации твердого материала, выделения и промывки песков.

Для устранения всех перечисленных недостатков было предложено на операции подготовки пульп к сорбции применять колонные аппараты с пульсационным перемешиванием, в которых за одну стадию (в одном аппарате) представляется возможным разделить твердый материал на пески и шламы и отмыть ценные растворимые вещества от песков. Однако, в то же время, при проведении процесса в колонных аппаратах были допущены некоторые ошибки, в частности, высота колонн, их производительность и расход промывной воды необоснованно завышались, что не позволяло получать пригодные к сорбционной переработке пульпы без дополнительных операций. Все вышеперечисленное снижало экономическую и технологическую привлекательность дальнейшего использования этих аппаратов.

В силу сказанного подробные исследования процесса классификации, выделения и промывки песков в колонном аппарате с пульсационным перемешиванием, а также разработка новых научно-обоснованных технических решений, которые позволят существенно повысить эффективность процесса подготовки пульп к сорбционной переработке, являются **актуальной задачей**, решение которой позволит в будущем при создании новых технологических схем гидрометаллургической переработки руд цветных и редких металлов рекомендовать колонные аппараты с пульсационным перемешиванием.

В недалеком будущем, рано или поздно, возникнет проблема окончательной разработки технологической схемы извлечения урана из руд Эльконского месторождения с использованием способа сорбционного извлечения урана из пульп и создания крупнотоннажного производства. На сегодняшний момент потребности России в уране составляют 19-20 тысяч тонн ежегодно [17], а произведено всего 3055 тонн [21]. К настоящему времени в АО «ВНИИХТ» разработано пять вариантов технологических схем комплексной переработки руд Эльконского месторождения и все эти схемы включают процессы сорбции урана из пульп и наши рекомендации об использовании колонных аппаратов с пульсационным перемешиванием на операции классификации твердого материала и отмывки урана от песков.

Цель диссертационной работы состоит в повышении эффективности процесса гидравлической классификации твердого материала с одновременной отмывкой ценных растворимых веществ для подготовки пульп к сорбционной переработке путем использования колонных аппаратов с пульсационным перемешиванием.

Для достижения поставленной цели решались следующие задачи:

-провести теоретический анализ процессов подготовки пульп к сорбционной переработке в колонных аппаратах с пульсационным перемешиванием;

-провести лабораторные исследования процесса классификации, выделения и промывки песков в колонном аппарате с пульсационным перемешиванием, включающие исследования влияния основных технологических параметров (удельная нагрузка по твердой фазе, удельный расход промывной воды, скорость восходящего потока, интенсивность пульсации, высота плотного слоя) на процесс, определить критерий оптимальности, и предложить способ интенсификации процесса;

-разработать практические рекомендации по автоматическому регулированию и контролю процесса;

-опробовать предложенные способы интенсификации и контроля процесса в полупромышленном масштабе;

-разработать методику расчета высоты рабочей зоны промышленного аппарата с учетом выбранного режима интенсификации процесса.

Достоверность результатов основывается на использовании большого объема экспериментальных данных, их воспроизводимости и статистической обработке, а также на применении современных методов химического анализа.

Научная новизна работы заключается в следующем:

-дано научное обоснование применению процесса разделения в пульсационных колоннах для решения задачи гидравлической классификации продуктов выщелачивания с одновременной отмывкой содержащихся в них ценных растворимых веществ;

-установлено, что наивысший показатель эффективности процесса, соответствующий наименьшему количеству песков в сливе и ценных растворимых веществ в нижнем продукте классификации, достигается при работе аппарата с заданной высотой плотного слоя песков и поддержании интенсивности пульсаций в интервале значений 650-750 мм/мин;

-предложен и обоснован новый критерий разделительных процессов – обобщенная функция оптимизации процесса гидравлической классификации с одновременной отмывкой ценных растворимых веществ, позволяющая производить обоснованный выбор и оптимизацию технологических параметров;

-установлена зависимость содержания частиц класса плюс 0,1 мм в сливе от основных параметров процесса, что позволило вывести эмпирическое уравнение для прогнозирования оптимальных условий гидравлической классификации пульп с одновременной отмывкой ценных растворимых веществ.

Практическая значимость работы. На основании теоретических и экспериментальных исследований предложен новый режим классификации и промывки пульпы автоклавного выщелачивания в пульсационной колонне, с использованием накопленного плотного слоя песков, что позволяет достичь эффективности отмывки ценных растворимых веществ 99,9 %, снизить потери урана с отвальными песками за счет уменьшения его содержания в жидкой фазе до 0,001 г/дм³, а также сократить до 5 % содержание песков класса плюс 0,1 мм в пульпе, поступающей на сорбцию, и, тем самым, снизить потери сорбента и износ оборудования вследствие абразивного воздействия песков крупностью плюс 0,1мм. Разработан новый способ автоматического регулирования и контроля процесса в условиях накопления и поддержания плотного слоя песков. Проведены полупромышленные испытания, и подтверждена эффективность разработанной технологии подготовки пульп к сорбционной переработке на основе использования колонных аппаратов с пульсационным перемешиванием. Выданы исходные данные на проектирование промышленных аппаратов с пульсационным перемешиванием, которые планируется использовать при переработке руд Эльконского месторождения.

Основные положения, выносимые на защиту:

-результаты лабораторных исследований процесса классификации, выделения и промывки песков в колонном аппарате с пульсационным перемешиванием. Результаты исследования влияния основных технологических параметров (удельная нагрузка по твердой фазе, удельный расход промывной воды, скорость восходящего потока, интенсивность пульсаций, высота плотного слоя) на процесс, результаты определения критерия оптимальности;

-рекомендации по автоматическому регулированию и контролю процесса;

-результаты полупромышленных испытаний процесса гидравлической классификации с одновременной отмывкой ценных растворимых веществ в колонных аппаратах;

-усовершенствованная методика расчета высоты рабочей зоны промышленного аппарата.

Апробация результатов. Результаты работы были доложены и обсуждены на международных, российских и отраслевых конференциях: «Уран: ресурсы и производство» (Москва, ФГУП «ВИМС им. Н.М.Федоровского», 2008); Конференция молодых ученых и специалистов, посвященная 60-летию ОАО «ВНИИХТ» (Москва, ОАО «ВНИИХТ», 2011); «Физико-химия и технология неорганических материалов» (Москва, ИМЕТ РАН, 2011); IV Всероссийская конференция по химической технологии (Москва, ИОНХ РАН, 2012); «Наукоемкие химические технологии – 2012» (Тула, ТГПУ, 2012); 7-я Конференция молодых ученых и специалистов ОАО «ВНИИХТ», посвященная Дню химика (Москва, ОАО «ВНИИХТ», 2013); «Уран: геология, ресурсы и производство» (Москва, ФГУП «ВИМС им. Н.М.Федоровского», 2013); «Новые подходы в химической технологии минерального сырья. Применение экстракции и сорбции» (Санкт-Петербург, СПбГТИ (ТУ), 2013); III Международная конференция по химии и химической технологии (Ереван, Институт общей и неорганической химии НАН РА, 2013); 8-я конференция молодых ученых и специалистов АО «ВНИИХТ», посвященная 100-летию со дня рождения академика РАН Б.Н. Ласкорина (Москва, АО «ВНИИХТ», 2015).

Публикации. По теме диссертационной работы опубликовано 2 статьи в рецензируемых журналах, рекомендованных ВАК, один патент РФ и 10 докладов на международных и российских конференциях.

Личный вклад автора заключается в непосредственном выполнении экспериментальных лабораторных исследований и участии в полупромышленных испытаниях, анализе и критической оценке полученных результатов. Постановка целей исследований и интерпретация полученных данных были выполнены автором, и согласованы с научным руководителем к.т.н. Толкачевым В.А. Подготовка к публикации докладов и статей, а также выпуск научной документации осуществлены при участии соавторов.

Структура и объем диссертации. Диссертация состоит из введения, 6 глав, заключения, списка условных обозначений, списка литературы, состоящего из 144 источников. Материал изложен на 133 листах, включая 43 рисунка, 25 таблиц и 2 приложения.

Глава 1 Процессы и аппараты классификации и промывки в гидрометаллургии урана, цветных и редких металлов

1.1 Многоступенчатые способы классификации измельченного твердого материала по заданному граничному зерну, выделения и промывки песков

В гидрометаллургии урана, редких и цветных металлов широко используются процессы классификации измельченного твердого материала по заданному граничному зерну, выделения и промывки песков. Эти операции находят применение в технологических схемах, в которых рудные материалы измельчаются до крупности 0,2-0,4 мм и более, и предшествуют процессам сорбционного извлечения ценных компонентов из пульп. Классификация измельченного материала, выделение и промывка песков обычно осуществляются в многоступенчатой системе классификаторов, гидроциклонов и других аппаратов, в которых реализуются принципы гравитационного разделения фаз [22].

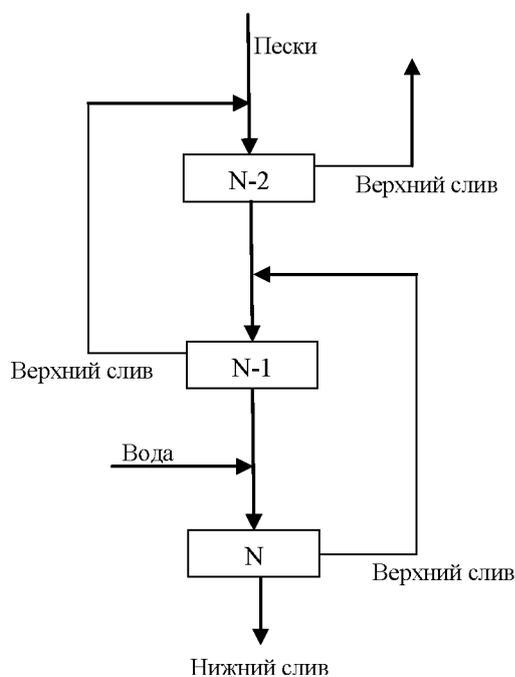
В отличие от процессов сорбции из растворов, которым предшествует операции разделения пульп, отмывки ценных растворимых веществ и осветления товарных растворов, перед сорбцией из пульп возникает задача классификации твердого материала по определенному граничному зерну, выделения и промывки песков. Перед процессами сорбции из растворов разделение пульп после выщелачивания обычно осуществляется в системе непрерывной противоточной декантации или фильтрационно-репульпационными методами. Именно такими способами в 60-70-е годы прошлого века в зарубежных странах на большинстве промышленных предприятий осуществляли подготовку растворов к сорбционной переработке [23, 24]. Этому в значительной мере способствовали благоприятные климатические условия, которые позволяли размещать радиальные сгустители и фильтры больших размеров на открытом воздухе [25].

Для отечественной гидрометаллургии урана, цветных и редких металлов в отличие от сорбции из растворов более приемлемым оказался способ ионообменного извлечения ценных компонентов из пульп [26]. Метод был разработан и освоен в нашей стране [27, 28], поэтому прекрасно адаптирован под российские условия. Этот способ имеет ряд преимуществ, поскольку исключает использование трудоемких процессов фильтрования и всего фильтрационно-репульпационного цикла, широко распространенных в гидрометаллургии [29] и снижает значительные капитальные затраты, связанные с размещением и обслуживанием разделительного оборудования в закрытых помещениях. Кроме того, он позволяет перерабатывать бедные руды, характерные для отечественного сырья. Поэтому сорбционная

переработка пульп нашла широкое применение в отечественной промышленности, а также в более ограниченном масштабе за рубежом, в гидрометаллургии урана, цветных, редких и радиоактивных металлов [30, 31]. Для успешного осуществления процесса сорбции из пульп используют механически прочные ионообменные смолы с крупностью зерен от 0,5 до 1,5 мм, которые должны превосходить по крупности твердый материал в перерабатываемой пульпе (обычно крупность частиц менее 0,1 мм). Поэтому в этой технологии возникает задача совместно с отмывкой металла вести процессы классификации пульп и выделения песков – крупнозернистых частиц твердого материала (крупностью более 0,10-0,15 мм), наиболее сильно истирающих ионообменные смолы.

На практике в промышленных масштабах классификация, выделение и промывка твердых материалов осуществляются в механических классификаторах и гидроциклонах различной модификации. Эти аппараты позволяют осуществлять удаление тонких взвесей (шламов) из крупнозернистых материалов и отмывку растворенных веществ от материалов различной крупности. Для этого в классификаторах и гидроциклонах осуществляется противоточное движение промывной жидкости, шламов и песков.

При классификации измельченного материала по противоточной схеме, нашедшей широкое применение в гидрометаллургии урана, цветных и редких металлов, удается достичь высокой степени извлечения тонких классов. Схема противоточной классификации упрощенно показана на рисунке 1.1.



N – число ступеней

Рисунок 1.1 – Принципиальная схема противоточной классификации

Из рисунка 1.1 видно, что основной принцип процесса состоит в том, что нижний слив классификатора, содержащий в основном частицы крупного класса, направляется на следующую ступень классификации, а верхний слив, наоборот, подается на предыдущую ступень.

Ранее [32] процесс отмывки ценного компонента от твердого материала проводили в системе сгустителей отстойного типа, которые работали по противоточной схеме. Однако при переработке пульп, содержащих значительное количество тонкодисперсных частиц, использование аппаратов такого типа для классификации и промывки твердого материала является малоэффективным. Интенсификация разделительных процессов в данном случае может быть достигнута заменой сгустителей на спиральные классификаторы и гидроциклоны.

Применение спиральных классификаторов, собранных в каскад, с организацией противоточного движения песков и промывной жидкости позволило заменить громоздкие сгустители на операции промывки, а также осуществлять классификацию пульп по граничному зерну.

Широкое использование в качестве оборудования для процессов классификации твердого материала, выделения и промывки песков получили и гидроциклоны, как более компактные и экономичные аппараты, принцип работы которых основан на действии центробежной силы. Центробежная сила в гидроциклоне в сотни раз больше, чем сила тяжести в классификаторах, работающих по принципу отстаивания, и действует более эффективно. Гидроциклоны обладают высокой производительностью и характеризуются простотой конструкции, что позволяет широко использовать их в разделительных, классифицирующих и обогатительных процессах.

Гидроциклоны широко применяются в обогащении руд, а также в гидрометаллургии цветных и редких металлов, где их используют в процессах сгущения, промывки осадков, классификации пульп, в том числе полученных после выщелачивания.

Центробежная сила. Аппарат диаметром 300 мм имеет производительность 20-30 м³ пульпы/час и может заменить спиральный классификатор размером 2×7 м [33]. Для стабильной работы гидроциклона необходимо обеспечить постоянными в ходе всего процесса такие параметры, как размер твердых частиц и содержание твердой фазы в поступающей пульпе, а также производительность аппарата. Также следует учитывать, что эффективность классификации падает с увеличением диаметра аппарата и, следовательно, с увеличением его производительности.

Противоточная схема промывки песков, в которой в качестве разделительных аппаратов используются гидроциклоны, а для промывки шламов сгустители-отстойники, показана на рисунке 1.2. Из рисунка 1.2 видно, что относительно крупная часть твердого материала

выделяется и промывается в противотоке в гидроциклонах, а мелкодисперсная фаза в сгустителях. Такая технологическая схема, состоящая из пяти малогабаритных гидроциклонов и пяти сгустителей-отстойников, была описана в [34]. Схожая технологическая схема, где вместо сгустителей используются спиральные классификаторы, получила широкое распространение на практике.

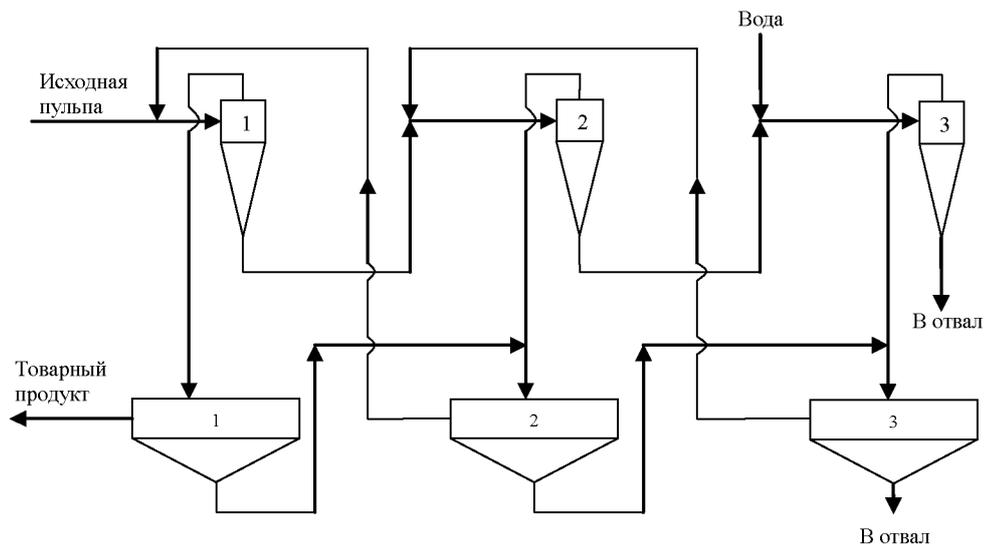


Рисунок 1.2 – Схема противоточной промывки с применением сгустителей и гидроциклонов

При классификации песчанно-глинистых пульп в гидроциклонах [35-38] было подтверждено, что содержание тонких классов в нижнем сливе гидроциклона при постоянном содержании твердого материала определяется содержанием в нем жидкой фазы. Поэтому к снижению мелкодисперсного материала (шламов) в нижнем сливе гидроциклона ведет разбавление исходной пульпы. Это позволяет получить продукт с высокой степенью разделения по классу крупности, однако, в то же время, приводит к значительному расходу промывной жидкости. С целью снижения ее расхода рекомендуется осуществлять процесс в нескольких аппаратах по противоточной схеме.

В результате внедрения процесса сорбционной переработки пульп гидроциклоны и спиральные классификаторы нашли широкое применение на стадии классификации, выделения и промывки песков в гидрометаллургии урана, цветных и редких металлов. Полученные после выщелачивания пульпы требуют дополнительной подготовки к сорбции с целью удаления крупнозернистых частиц (песков), которые при контактировании истирают ионообменные

смолы, а также откладываются в «мертвых зонах» сорбционных аппаратов и нарушают гидродинамику процессов.

В США на заводах, работающих по схеме кислотное выщелачивание – сорбция из пульп вышеуказанные разделительные процессы нашли широкое применение. Каскады из спиральных классификаторов и гидроциклонов для подготовки пульп к сорбции применяли на заводах Иджемонт [39, 40], Сплит Рок [41], Трэйс Элементс Корпорэйшн [42], а также Блюотер [43-45] и Моаб [46, 47], а также на австралийском заводе Рам Джангл [48].

Помимо технологической схемы с ионообменным извлечением урана из пульп, полученных после выщелачивания, описываемые процессы классификации твердого материала, выделения и промывки песков нашли применения и в технологических схемах с кислотным выщелачиванием и последующей сорбцией или экстракцией урана из растворов. По такой технологии с применением в качестве осветлителей продуктивных растворов сгустителей работали на заводах Квирк (Канада) [49], Кермак Ньюклеар Фьюэлз, Гранд Джанкшен и Шипрок (США) [41, 50-53], а также Буше (Франция) [19].

В СССР и на совместных предприятиях в странах Восточной Европы целый ряд заводов перерабатывал урановые руды с измельчением до крупности 0,4-0,7 мм. После процессов выщелачивания перед сорбционным концентрированием урана возникала необходимость в операции выделения и промывки песков. По таким технологиям работали на заводах в гг. Навои (СССР), Цвикау и Гера (ГДР).

Несмотря на практическую реализацию технологических схем с использованием спиральных классификаторов и гидроциклонов, применение вышеуказанных способов классификации твердого материала, выделения и промывки песков не является оптимальным решением и имеет ряд недостатков. Эффективность классификации одного аппарата для классификатора составляет 35-60 %, для гидроциклона – 80 %, поэтому для достижения удовлетворительных результатов классификации и отмывки необходимо использование 5-6 ступеней в многоступенчатой схеме и требуется значительный расход промывной воды. При крупнотоннажных производствах спиральные классификаторы занимают значительные площади в цехах и требуют существенных эксплуатационных затрат, связанных с плановым ремонтом оборудования. Гидроциклоны, спиральные классификаторы и насосы для перекачки песков постоянно подвергаются истиранию за счет воздействия крупнодисперсной фракции. При выходе из строя, например, одного гидроциклона или спирального классификатора, установленных в цепочке аппаратов, происходит увеличение потерь ценных компонентов, и существенно затрудняется работа всего предприятия, рассчитанного на непрерывную эксплуатацию.

Все вышеперечисленные недостатки приводят к снижению эффективности использования данных аппаратов на стадии классификации, выделения и промывки песков, ведут к увеличению экономических затрат и снижению привлекательности использования метода сорбционной переработки пульпы.

1.2 Промывка флокулированных пульп в колонных аппаратах со взвешенным слоем осадка и в аппаратах с пульсационным перемешиванием

Многоступенчатые способы промывки твердого материала, как отмечалось в разделе 1.1, имеют ряд существенных недостатков. Поэтому для их исключения была предложена технология промывки твердого материала в противоточных колонных аппаратах [54, 55] со взвешенным слоем осадка.

Работы в области промывки тонкодисперсных осадков и отмывки растворимых веществ в колонных аппаратах в России впервые получили развитие в лаборатории разделительных процессов АО «ВНИИХТ», возглавляемой профессором И.А. Якубовичем. Большой накопленный в лаборатории опыт использования флокулирующих реагентов для существенного увеличения производительности процессов сгущения пульп, содержащих тонкодисперсные осадки, позволил рекомендовать [56-59] колонные секционированные аппараты для противоточной промывки. Добавки к исходным пульпам флокулирующих реагентов [60, 61] резко увеличили скорости отстаивания образующихся флокулов и обеспечили возможность их противоточного осаждения в восходящем потоке промывного раствора. Именно это обстоятельство и обеспечило появление целого ряда работ в области противоточной промывки флокулированных осадков в колонных аппаратах.

На рисунке 1.3 показан пример [62] такого колонного аппарата для промывки высокодисперсных флокулированных осадков. Система контактных тарелок служит для создания направленного перекрестного движения осадка и промывной жидкости, что ведет к эффективному вымыванию маточника и снижает отрицательный эффект продольного перемешивания фаз.

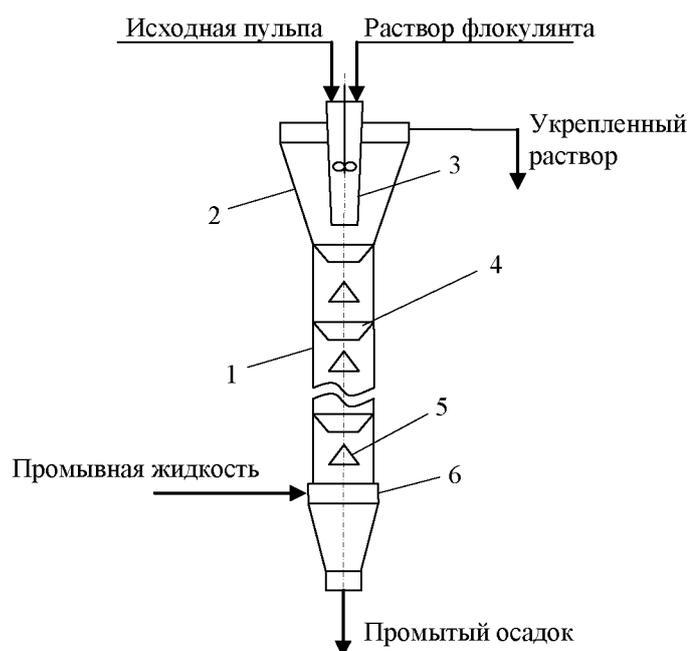
Работа колонного аппарата [62] характеризуется его производительностью и эффективностью промывки осадков E , которая выражается соотношением (1.1), приемлемым и для репульпационной промывки:

$$E = \frac{m_{в.н.} - m_{в.к.}}{m_{в.н.}}, \quad (1.1)$$

где $m_{в.н.}$ – содержание компонента в исходной пульпе;

$m_{в.к.}$ – содержание компонента во влаге промытого осадка.

Противоточное движение флоккул и промывной жидкости в колонных аппаратах позволяет достичь высокой эффективности промывки осадков при меньшем расходе промывной жидкости. Отмечается [62], что при перемешивании флокулированной пульпы и промывной жидкости происходит процесс частичного разрушения флоккул и изменения поверхности массообмена с интенсивным переходом отмываемого ценного компонента в промывную жидкость.



- 1 – корпус колонны; 2 – верхняя отстойная камера; 3 – воронка с мешалкой;
4 – конусные насадки; 5 – отбойники; 6 – нижняя отстойная камера

Рисунок 1.3 – Колонный аппарат для промывки осадков

Экспериментальные исследования [62] показали, что в колонном аппарате без наличия контактных тарелок невозможно добиться высокой эффективности промывки. Увеличение числа тарелок ведет к увеличению эффективности процесса, но их количество ограничено высотой аппарата и конструктивными особенностями.

Опыт проведения процессов противоточной промывки флокулированных пульп в секционированных аппаратах позволил сделать вывод о том, что образующиеся флоккулы обладают достаточной прочностью и способностью к сохранению своих размеров на протяжении всего процесса промывки в вертикальных аппаратах большой высоты (до 10 м и более). Это обстоятельство позволило для промывки флокулированных пульп рекомендовать секционированные колонные аппараты с пульсационным перемешиванием, которые оказались более эффективными по сравнению с колонными аппаратами, в которых не предусмотрены

система наложения на поток возвратно-поступательных колебаний (пульсаций) и использование специальных тарелок с наклонными лопатками.

Начало использованию различных аппаратов с пульсационным перемешиванием в промышленности было положено в 1933 году, когда в США был выдан первый патент на способ взаимодействия двух подающихся противотоком фаз в вертикальном потоке, в том числе и для системы жидкость-твердая фаза, при воздействии на него колебательных импульсов, поступающих от пульсатора. С тех пор было получено множество патентов во всех странах мира, так или иначе имеющих отношение к пульсационной технике [63].

В отечественной промышленности данные технологии начали изучаться в 50-х годах XX века. В лаборатории № 12 «ВНИИНМ им. А.А. Бочвара» под руководством С.М. Карпачевой (1910–1998 гг.) был разработан «новый способ колебательного контактирования взаимодействующих реагентов, создаваемого кратковременным (на несколько секунд) повышением давления в аппарате, а затем сбросом его в атмосферу» [64]. Данный способ позволял осуществлять перемешивание фаз во всем объеме аппарата, предотвращать выброс вредных аэрозолей в окружающую среду и стал альтернативой механическим и пневматическим способам перемешивания. Помимо вертикальных колонных аппаратов были разработаны и внедрены пульсационные химические реакторы различных форм и объемов, а также фильтры и насосы [65, 66]. Первоначально создаваемые для системы газ-жидкость и жидкость-жидкость [67, 68] пульсационные колонны нашли применение и в переработке технологических пульп [69].

Работа аппаратов с пульсационным перемешиванием основана на принципе воздушного поршня [70], который возникает в результате нагнетания в них давления через пневматический пульсатор, представляющий собой золотниково-распределительный механизм (ЗРМ), и последующего сброса избыточного давления в атмосферу. Пульсаторы создают в колонном аппарате возвратно-поступательное перемещение фаз, а массообменные тарелки – специальные неподвижные насадки, изготовленные из того же материала, что и сам аппарат – преобразуют энергию пульсаций во вращательные и струйные движения, что улучшает перемешивание и контактирование реагентов. Имеется множество видов исполнения пульсаторов, которые отличаются только конструкцией ЗРМ [70, 71]. Пульсаторы конструктивно не связаны с колоннами, подключаются к аппарату через пульсопровод от источника давления и могут быть установлены на любых высоте и расстоянии от колонны.

К несомненным достоинствам колонного аппарата с пульсационным перемешиванием [72] можно отнести то, что энергия подводится извне в виде пульсаций, и это дает возможность снизить расход промывной жидкости и работать при достаточно больших нагрузках по твердому материалу. Имеющиеся в аппарате распределительные тарелки значительно

увеличивают время контакта между фазами и в сочетании с пульсациями создают условия для равномерного распределения материалов по сечению аппарата. В настоящее время разработано и создано множество видов тарельчатых насадок [73-76], различающихся по форме, размеру, числу и расположению отверстий.

В ходе проведенных многолетних совместных исследований [77] специалистами АО «ВНИИНМ» и АО «ВНИИХТ» доказана высокая эффективность колонных аппаратов при осуществлении процессов промывки твердого материала в сравнении с другим разделительным оборудованием. При этом отмечается, что практическое применение пульсационных колонн возможно только для твердых частиц, скорость осаждения которых превышает 2-3 м/ч. С целью повышения скорости осаждения тонкодисперсных частиц рекомендовано применять флокулирующие реагенты с расходом 200-300 г/т твердого, которые образуют в пульпе крупные агломераты с заметно большей скоростью осаждения. Это позволяет вести противоточную промывку практически любых осадков, при высокой эффективности и производительности ≥ 20 т/(м²сутки).

Положительные результаты лабораторных и полупромышленных исследований, проводимых в колонных аппаратах диаметром от 0,05 до 0,4 м с различными насадками [78, 79], позволили внедрить промышленные аппараты в производство. Результаты этих работ представлены в таблице 1.1.

Таблица 1.1 – Результаты работы опытных промышленных колонных аппаратов с пульсационным перемешиванием

Показатели процесса	Процесс	
	Отмывка Н ₃ РO ₄ от нерастворимого осадка	Промывка технической вольфрамовой кислоты
Удельная производительность по твердому, т/(м ² сутки)	5	14-19
Расход промывной воды, м ³ /т твердого	21	6,3
Расход флокулянта, г/т	300	200
Эффективность отмывки (промывки), %	99,5	98,0

В статье [72] приведены результаты исследований процесса промывки тонкодисперсного твердого материала, содержащего до 80 % частиц класса крупности минус 0,074 мм, в колонном аппарате с пульсационным перемешиванием с насадкой КРИМЗ [79] от нитрата натрия. В колонном аппарате диаметром 200 мм и высотой 10 м при интенсивности пульсаций 700 мм/мин, удельном расходе промывной воды 0,3-1,5 м³/т твердого, удельной производительности по твердой фазе от 79 до 564 т/(м²сутки) была достигнута эффективность

промывки 99,60 %. Несмотря на то, что в этой работе не ставилась задача классификации твердого материала, тем не менее, полученный верхний слив не содержал частиц класса плюс 0,074 мм. Для полного удаления твердых частиц из верхнего продукта авторы рекомендуют использовать флокулянты, что позволит получить осветленные растворы. На основании полученных в этой работе опытных данных был проведен расчет, который показал, что колонный аппарат высотой 10 м обеспечивает до 20 теоретических ступеней контакта. Это позволяет осуществить процесс промывки осадка в одном аппарате.

В [80] сообщается об удачном опыте использования колонных аппаратов с пульсационным перемешиванием в процессах промывки искусственного шеелита и вольфрамовой кислоты. В ходе работы достигнута практически полная промывка осадка от азотной кислоты и нитрата кальция. На основе этих исследований было создано полупромышленное производство вольфрамового ангидрида, а применение колонных аппаратов позволило значительно улучшить показатели технологических процессов: сократить расход реагентов, количество оборудования, упростить контроль и т.п.

В продолжение этих работ были проведены испытания опытно-промышленного колонного аппарата с пульсационным перемешиванием диаметром 1300 мм и высотой 8 м на операции промывки твердой вольфрамовой кислоты [81]. При расходе флокулянта 200-300 г/т твердого в виде 0,1 %-ного раствора, производительности 20,4 т/(м²сутки), расходе промывной воды 5,8 м³/т твердого и интенсивности пульсации до 1000 мм/мин был получен нижний слив с минимальным содержанием HNO₃ и Ca(NO₃)₂, при этом вынос твердой фазы в верхнем сливе не превышал 0,2-0,5 г/дм³.

Колонные аппараты с пульсационным перемешиванием нашли применение также в производстве полимерных материалов [82] на операции промывки осадка, получаемого в результате коагуляции латексной системы и на операции промывки ионитов [83-85]. В результате исследований была подтверждена принципиальная возможность промывки сорбента в колонных аппаратах с пульсационным перемешиванием.

Отмывка ценных растворимых веществ от флокулированных осадков, образующихся при переработке химического концентрата урана и товарных регенератов, в колонных аппаратах с пульсационным перемешиванием рассмотрена в [86]. В работе приведены результаты исследований, проведенных в г. Днепропетровск (Украина) и г. Силламяэ (Эстония), которые представлены в таблице 1.2.

Описан [86] способ противоточного выщелачивания лития из тонкоизмельченного спека сподумена и извести водой и одновременной промывки осадка в промышленном аппарате диаметром 1,8 м и высотой 13 м с пульсационным перемешиванием, снабженном шаровой

насадкой, при температуре 95 °С с использованием флокулянта. Результаты эксплуатации этого аппарата на предприятии в г. Красноярске представлены в таблице 1.3.

Таблица 1.2 – Результаты отмывки урана от флокулированного осадка в колонных аппаратах

Технологические показатели	г. Днепродзержинск	г. Силламяэ
Удельная производительность, т/(м ² сутки)	9,7	2-2,6
Расход промывной воды, м ³ /т твердого	10	13
Расход флокулянта, г/т	300	250
Эффективность отмывки урана, %	99,7	99,5

Таблица 1.3 – Результаты выщелачивания лития и промывки осадка в колонном аппарате с пульсационным перемешиванием

Технологические показатели	Значения
Удельная производительность, т/(м ² сутки)	20
Расход промывной воды, м ³ /т твердого	8
Расход флокулянта, г/т	300
Концентрация щелочи в исходной пульпе, г/дм ³	9,9
Концентрация щелочи в нижнем продукте колонны	0,62

Также в статье [86] приведен пример использования колонных аппаратов с пульсационным перемешиванием в промышленном производстве в процессах промывки кристаллов аммонийуранилтрикарбоната (АУТК) от примесей, результаты работ приведены в таблице 1.4.

Таблица 1.4 – Результаты процесса промывки кристаллов АУТК

Технологические показатели	г. Желтые Воды	г. Навои
Удельная производительность, т/(м ² сутки)	25-30	30-35
Расход промывной воды на 1 т твердого, м ³	1,1	1,2-1,6
Концентрация фосфора в кристаллах, %:		
исходные	0,063	0,050
промытые	0,0025	0,0017
Скорость восходящего потока, м/ч	3	3-4

В статье [87] установлена взаимосвязь между рабочими и конструкционными параметрами процесса промывки и предложено эмпирическое уравнение (1.2), позволяющее

определить критическую величину высоты секционированной части H_p колонных аппаратов с пульсационным перемешиванием для процессов промывки флокулированных пульп на основании лабораторных исследований:

$$H_p = 2K[(33,7 \cdot 10^{-3} D_k + 0,61 \cdot 10^{-3}) + (0,8 D_k + 0,26) I] \times V_{ист}^{-0,26} (N_T - 1), \quad (1.2)$$

где K – коэффициент, учитывающий противоточное движение фаз, равный 2;

D_k – диаметр колонны, м;

I – интенсивность колебаний, м/с;

$V_{ист}$ – истинная скорость восходящего потока, м/с;

N_T – число ступеней идеального смешения.

Отмечено, что формула (1.2) предложенная для расчета H_p колонного аппарата, является справедливой для аппаратов диаметром от 0,057 до 1,5 м. Расчетные показатели подтверждаются результатами промышленных испытаний. По оценке авторов расхождение опытных и расчетных данных не превышает 10-15 %. Однако предложенное уравнение не учитывает напрямую влияние продольного перемешивания фаз, чем и можно объяснить достаточно большое расхождение опытных и расчетных данных.

На основании анализа выше представленных результатов исследований процессов промывки флокулированных осадков в колонных аппаратах со взвешенным слоем и с пульсационным перемешиванием следует отметить, что они имеют ряд преимуществ перед традиционными способами многоступенчатой промывки. Такие аппараты более компактны, не содержат движущихся частей и деталей, что снижает их износ, а эффективность процесса промывки составляет 98,0-99,5 %. Однако при этом процессы промывки флокулированных пульп в колонных аппаратах характеризуются относительно невысокой удельной производительностью (5-20 т/(м²сутки)), существенным расходом промывной воды (5-20 м³/т твердого) и флокулирующих реагентов (200-300 г/т твердого). По этой причине они не могут быть рекомендованы для использования в крупнотоннажных производствах урана, цветных и редких металлов с целью получения осветленных растворов перед процессами сорбции. Тем не менее, колонные аппараты с пульсационным перемешиванием с успехом применяются в процессах промывки кристаллических продуктов – кристаллов аммонийуранилтрикарбоната (АУТК).

Стоит отметить, что исследования процессов промывки тонкодисперсных осадков с добавками флокулирующих реагентов, различных кристаллических продуктов и сорбционных материалов предшествовали и в значительной мере способствовали появлению работ в области классификации твердых материалов, выделения и промывки песков из пульп в колонных аппаратах с пульсационным перемешиванием. Поэтому следующей задачей для исследователей

стало совместить высокоэффективные процессы промывки осадков в колонном аппарате с процессами классификации и выделения песков перед сорбционной переработкой.

1.3 Использование колонных аппаратов с пульсационным перемешиванием для классификации, выделения и промывки песков в гидрометаллургии урана, цветных и редких металлов

Одной из основных задач в процессах промывки флокулированных пульп является необходимость получения товарных растворов с минимальным содержанием твердой фазы в верхнем сливе. В процессе классификации пульпы и промывки песков возникают задачи разделения измельченного твердого материала по заданному граничному зерну. В верхнем сливе колонного аппарата (шламы) должно присутствовать минимальное количество песков класса плюс 0,1 мм, которые наиболее сильно истирают ионообменные смолы и накапливаются в мертвых зонах аппаратах сорбции, а в нижнем (промытые пески) должно находиться минимальное количество шламов, поскольку они адсорбируют ценные растворимые компоненты, что снижает эффективность промывки.

Положительные результаты в области применения колонных аппаратов с пульсационным перемешиванием для промывки флокулированных тонкодисперсных осадков (отмытки растворимых веществ от осадков) не представляется возможным автоматически переносить и использовать для процесса разделения пульп, классификации твердого материала на пески и шламы, выделения и промывки песков.

Способ промывки твердого материала в вертикальном потоке имеет ряд преимуществ перед использованием традиционных способов выделения и промывки песков в гидроциклонах и спиральных классификаторах. При наложении на поток возвратно-поступательных колебательных движений значительно увеличиваются эффективность процесса классификации твердого материала, выделения и промывки песков при достаточно высокой производительности колонных аппаратов, в которых осуществляется этот процесс.

Разработка и внедрение в нашей стране способа сорбционной переработки пульп с загрузлением помола твердого материала [88] поставили вопрос о необходимости интенсификации способов классификации, выделения и промывки песков, которые осуществлялись в то время в громоздких, сложных в обслуживании и малоэффективных аппаратах – механических классификаторах, сгустителях, гидроциклонах [59, 89, 90].

Положительных результатов интенсификации этих разделительных процессов удалось достигнуть лишь при использовании колонных аппаратов с пульсационным перемешиванием.

При работе колонного аппарата с пульсационным перемешиванием одной из главных задач является разделение пульпы: шламы и маточный раствор, содержащий ценный растворимый компонент, должны быть переведены в верхний слив, а в нижней разгрузке необходимо получить пески, во влаге которых содержится минимальное количество ценного компонента.

Для оценки эффективности работы аппарата используют следующие показатели [38, 91]:

- коэффициент разбавления – показывает, во сколько раз уменьшилась концентрация ценного растворимого вещества в верхнем сливе по сравнению с его концентрацией в жидкой фазе исходной пульпы;

- кратность отмывки – показывает, во сколько раз уменьшилась концентрация ценного растворимого вещества в нижней разгрузке по сравнению с исходной пульпой;

- эффективность отмывки – выражается отношением количества ценного растворимого вещества, перешедшего в верхний слив, к его количеству в исходной пульпе;

- процентное содержание частиц твердой фазы с размером выше граничного размера в верхнем сливе и ниже граничного размера в нижней разгрузке;

- удельная производительность аппарата по твердому материалу;

- удельный расход промывной воды.

В исходной пульпе, поступающей на операцию выделения песков и отмывку ценного растворимого вещества, влага, захватываемая твердым материалом, делится на три составляющих. Пленочная влага – это жидкость, которая удерживается на поверхности твердых частиц при помощи сил молекулярного притяжения. Гравитационная влага – жидкость, которая располагается между частицами. Капиллярная влага – жидкость, находящаяся в порах твердого материала. Следует отметить, что ценный растворимый компонент содержится во всех видах влаги, а процесс вымывания капиллярной жидкости является наиболее трудным и лимитирующим [92].

Одной из первых отечественных работ в области классификации твердого материала, выделения и промывки песков в колонных аппаратах с пульсационным перемешиванием следует считать [91]. В колонном аппарате диаметром 200 мм и высотой насадочной части 10 м проводились исследования процесса классификации полидисперсного материала и промывки песков от нитратных растворов. В аппарате, секционированном тарелками типа КРИМЗ, при частоте пульсаций 70-80 мин⁻¹ и амплитуде 15-20 мм, при удельной нагрузке по твердому 240-600 т/(м²сутки) и при расходе промывной воды от 0,7 до 1,4 м³/т твердого достигнута эффективность отмывки нитратов 99,60-99,90 % от песковых фракций.

Результаты исследований процесса классификации твердого материала и промывки, проведенных с крупнодисперсными песками (45-60 % пески класса плюс 0,15 мм),

представляли в тот период большой интерес. Работа [91] показала, что в колонном аппарате при достаточно большой производительности и низком удельном расходе промывной воды можно достигнуть эффективность промывки песков на уровне 99,60-99,90 %, если не ставить задачу получения в верхнем сливе осветленного раствора. К сожалению эти работы не получили дальнейшего развития по сравнению, например, с количеством исследований и публикаций этих же авторов в области использования пульсационных колонн для экстракции и сорбции.

Настоятельная необходимость в замене традиционных многоступенчатых процессов разделения пульп, выделения и промывки песков перед процессом сорбции привела к появлению новых исследований и публикаций.

В работе [93] аргументировано и достаточно убедительно указывается на целесообразность использования колонных аппаратов с пульсационным перемешиванием для разделения пульп, выделения и промывки песков. Сообщается [93] о результатах испытаний колонного аппарата диаметром 1500 мм, секционированного контактными массообменными тарелками [94], для разделения пульп и отмывки молибдена от песков. В аппарате высотой рабочей зоны 8 м при интенсивности колебаний 700 мм/мин для пульпы с крупностью песков 44 % класса плюс 0,16 мм, удельной производительности 250 т/(м²сутки) и удельном расходе промывной воды 0,85-0,95 м³/т твердого проведен процесс разделения пульп, выделения песков и отмывки молибдена. В аппарате получен верхний слив пульпы с плотностью 1220 кг/м³, с содержанием песков класса плюс 0,16 мм менее 5 % и достигнута эффективность отмывки молибдена на уровне 99,90 %.

Предлагается приближенный метод расчета H_p промышленного аппарата диаметром 1500 мм на основе исследований лабораторного аппарата диаметром 70 мм и высотой рабочей зоны 2,5 м с использованием [95, 96] уравнений:

$$H_p = h'_x \cdot T_{nx}, \quad (1.3)$$

$$h'_x = h_x + \frac{E_d \Phi q_c}{V_d} + \frac{E_c (1 - \Phi) q_c}{V_c}, \quad (1.4)$$

где h'_x – кажущаяся высота единицы переноса для диффузионной модели, учитывающая влияние продольного перемешивания обеих фаз, м;

T_{nx} – число единиц переноса, рассчитанное для условий поршневого движения фаз;

h_x – высота единицы переноса для поршневого движения фаз, м;

E_d и E_c – коэффициенты продольного перемешивания соответственно дисперсной и сплошной фаз, см²/с;

V_d и V_c – объемные расходы дисперсной и сплошной фаз, см³/с;

q_c – площадь поперечного сечения промышленного аппарата, см².

Φ – доля рабочего объема, приходящаяся на дисперсную фазу.

Определив на основании исследований лабораторной модели аппарата высоту единицы переноса и полагая с определенным приближением (с запасом), что она равна h_x , предлагается найти h'_x промышленного аппарата по уравнению (1.4) и из уравнения (1.3) рассчитать H_p . Предложенное уравнение в отличие от (1.2) учитывает влияние продольного перемешивания фаз, а также наличие в аппарате твердой фазы.

К недостаткам работы следует отнести ограниченное количество экспериментальных данных промышленных испытаний колонного аппарата диаметром 1500 мм, представленных в статье, а также то, что достигнутое в ходе исследований содержание песков класса плюс 0,16 мм в количестве до 5 % в верхнем сливе является значительным и превышает рекомендуемые показатели – менее 5 % класса плюс 0,1 мм.

Стоит отметить, что приведенные в работе [93] результаты показали, что продольное перемешивание фаз существенно влияет на эффективность процесса и, если исследования коэффициента продольного перемешивания в сплошной фазе были широко распространены [74, 92, 97, 98], то коэффициент продольного перемешивания в дисперсной (твердой) фазе был изучен слабо.

В статье [99] была установлена взаимосвязь между E_d , рабочими параметрами и диаметром аппарата и на основании исследований процесса осаждения песков с размерами частиц 0,1-0,4, 0,2-0,4, 0,1-0,2 мм в колонных аппаратах с пульсационным перемешиванием диаметром 62, 100, 400, 1800 мм и высотой соответственно 1,35, 1,95, 2,8 и 9,0 м при частоте пульсаций $f=0,17-0,67$ с⁻¹, амплитуде $A=0,015-0,060$ м, удельной нагрузке по твердой фазе $Q=0,2-1,5$ кг/(м²·с), скоростях восходящего потока воды от $0,9 \cdot 10^{-3}$ до $4,2 \cdot 10^{-3}$ м/с и объемной концентрации осаждающихся песков от 0,05 до 0,15 рекомендовано для расчета E_d уравнение:

$$E_d = 0,07 Q^{-0,83} I_{\text{эф}}^{-1,16} D_K^{0,79}, \quad (1.5)$$

где $I_{\text{эф}} = A \cdot f \cdot e^{1,08(0,28-f)}$ – выражение для эффективной интенсивности пульсации [100].

Расхождение величин E_d , вычисленных по уравнению (1.5) и определенных экспериментально для большинства опытов не превышало 15-20 %.

В таблице 1.5 приведены численные значения E_d , рассчитанные по предлагаемому уравнению, для аппаратов различного диаметра. Полученные численные значения E_d могут быть рассчитаны из уравнения (1.5) лишь в том случае, когда при эксплуатации колонных аппаратов пески перемешиваются в условиях свободного осаждения при объемной концентрации не более 0,15.

Таблица 1.5 – Значения коэффициента продольного перемешивания песковой фракции для колонных аппаратов различного диаметра

Диаметр колонны D_k , мм	62	100	400	1800
Коэффициент продольного перемешивания E_d , см ² /с	3,46	5,04	14,02	45,90

Такой режим контактирования песков и восходящего потока промывной жидкости, как показали наши исследования, не обеспечивает наибольшей эффективности отмывки растворимых веществ. Более того, в литературных источниках [92, 101] отмечено, что наличие твердой фазы при проведении двухфазных процессов в системе жидкость-твердое ведет к снижению коэффициента продольного перемешивания в сплошной фазе и, следовательно, должно способствовать повышению эффективности процесса. Как показывают наши исследования, более высокие показатели эффективности классификации и отмывки растворимых веществ достигаются в условиях накопления плотного слоя песков в нижней части рабочей зоны аппарата до объемных концентраций 0,40 и более. Полученные по уравнению (1.5) значения E_d при подстановке в уравнение (1.4) при эксплуатации аппаратов с задержкой (накопление песков в рабочей зоне) дают завышенные значения h'_x и H_p промышленного аппарата.

В работе [102] рекомендовано использовать колонные аппараты с пульсационным перемешиванием для классификации измельченного твердого материала флотоконцентрата перед щелочным автоклавным обескремниванием взамен использующихся гидроциклонов, характеризующихся эффективностью классификации концентрата по граничному зерну 0,044 мм на уровне 50,0-60,0 %. При удельной производительности 75 т/(м²сутки), частоте пульсаций 26 мин⁻¹ и амплитуде 10-12 мм эффективность классификации составила 73,6-96,6 %. Предложено расчет эффективности классификации производить по уравнению:

$$E_k = \frac{(\alpha - \beta)(\gamma - \alpha)}{\alpha(1 - \alpha)(\gamma - \beta)} \times 100, \quad (1.6)$$

где α , β , γ – содержание крупного материала, соответственно в исходном, верхнем и нижнем продуктах.

Предлагаемая формула (1.6) адекватна критерию Ханкока-Луйкена [103] и, по нашему мнению, может быть использована при оценке эффективности процессов классификации песков и шламов в колонных аппаратах с пульсационным перемешиванием в наших исследованиях.

Некоторые результаты исследований работы колонных аппаратов промышленных размеров диаметром 1800 мм на урановых предприятиях (гг. Ленинабад, Навои, Желтые Воды) на операциях разделения пульп, выделения и промывки песков с целью получения шламовых пульп для последующей сорбционной переработки представлены в статье [86]. В г. Ленинабаде в аппарате диаметром 1800 мм и общей высотой 14 м при удельном расходе промывной воды $1,2 \text{ м}^3/\text{т}$ твердого, удельной производительности процесса $200 \text{ т}/(\text{м}^2\text{сутки})$ в большинстве опытов была достигнута эффективность отмывки урана 99,90 %. В период проведения испытаний аппарат не был снабжен системой автоматического регулирования процесса разгрузки промытых песков, что не позволяло регулировать и поддерживать материальный баланс своевременной выгрузкой песков. Во время испытаний, вследствие небольшой высоты нижней отстойной камеры, при разгрузке пульпы песков в ручном режиме в момент открытия задвижки очень часто наблюдался прорыв жидкости, что приводило к увеличению содержания урана в жидкой фазе нижнего продукта до $0,02 \text{ г}/\text{дм}^3$ и более. Верхний слив колонного аппарата в г. Ленинабаде содержал в среднем 5 % песков класса плюс 0,16 мм, что значительно превышало рекомендуемые величины – не более 5 % частиц класса плюс 0,1 мм. После проведения промышленных испытаний не представилось возможным запустить колонный аппарат в постоянную промышленную эксплуатацию.

На урановом предприятии в г. Желтые Воды (Украина) [86] в колонном аппарате диаметром 1800 мм и высотой 16 м, секционированном массообменными тарелками [78], при удельной производительности по твердой фазе $190 \text{ т}/(\text{м}^2\text{сутки})$ и удельном расходе промывного раствора $1,5 \text{ м}^3/\text{т}$ твердого в период полупромышленных испытаний была получена эффективность отмывки урана 99,00 %. Противоточное движение твердой фазы исходной пульпы в восходящем потоке промывной жидкости в аппарате осуществлялось в режиме свободного осаждения. Среднее содержание песков класса плюс 0,1 мм в верхнем сливе аппарата находилось на уровне 8 %. Разгрузка промытых песков из нижней отстойной камеры осуществлялась в результате использования емкостного уровнемера, установленного в пульсационной камере. После относительно короткого периода эксплуатации аппарат был остановлен.

В [86] сообщается об использовании колонных аппаратов диаметром 1800 мм и высотой 11 м на операции противоточного выщелачивания урана из песков с одновременным разделением твердых частиц по классу 0,1 мм, выделения шламов в верхний слив на первой стадии и промывки песков от кислоты в колонных аппаратах таких же размеров на второй стадии. На первой стадии в колонных аппаратах одновременно с выщелачиванием урана из песков осуществлялся процесс классификации твердого материала. На урановом заводе в городе Навои вместо шести пачуков объемом 200 м^3 каждый и шести цепочек спиральных

классификаторов были установлены четыре колонных аппарата на операции выщелачивания диаметром 1800 мм и четыре аппарата диаметром 1800 мм на операции выделения и промывки песков. Извлечение урана в аппаратах выщелачивания составляло 90,0 %, эффективность отмывки урана от песков в колоннах на второй стадии находилось на уровне 99,70 %. Такой способ выщелачивания в колонных аппаратах стал возможен лишь при переработке неупорных руд, характеризующихся достаточно быстрой кинетикой извлечения урана. Верхние сливы аппаратов выщелачивания вследствие большой нагрузки по твердой фазе содержали в среднем 8,6 % частиц класса плюс 0,1 мм, в связи с чем, возникла необходимость в операции контрольного гидроциклонирования верхних сливов, поступающих на сорбцию.

Несмотря на промышленные испытания аппаратов, работы в области использования пульсационных колонн для подготовки пульп к процессам сорбции представляли собой новые технические решения, встречали значительные трудности в период проведения исследований и по различным причинам не были приняты к промышленной эксплуатации.

Во всех случаях высота секционированной зоны колонных аппаратов принималась без расчетов и устанавливалась, главным образом, на основании учета высоты рабочих помещений, в которых размещались колонные аппараты, что вело к дополнительным экономическим затратам. Рекомендуемые удельные нагрузки по твердой фазе 190-200 т/(м²сутки) следует признать также завышенными, поскольку они не позволяли получать поступающие на сорбцию шламовые пульпы с содержанием частиц класса плюс 0,1 мм менее 5 %.

Выводы по главе 1

1 В гидрометаллургии урана, редких и цветных металлов широкое распространение получили процессы классификации твердого материала, выделения и промывки песков с целью подготовки к процессу сорбции полученных после выщелачивания пульп. Традиционно эти операции проводили в многоступенчатой системе спиральных классификаторов, гидроциклонов и сгустителей. Однако, несмотря на промышленную реализацию, такие способы подготовки пульп к сорбции имеют существенные недостатки. Так, для достижения удовлетворительных результатов классификации и отмывки необходимо использовать 5-6 ступеней в многоступенчатой схеме, требуется значительный расход промывной воды. При этом, при выходе из строя одного гидроциклона или спирального классификатора, установленного в цепочке аппаратов. Происходит увеличение потерь ценного компонента, и существенно затрудняется работа всего предприятия.

2 Для исключения многоступенчатых способов была предложена технология промывки твердого материала в противоточных колонных аппаратах. Использование различных флокулирующих реагентов, снабжение колонных аппаратов массообменными насадками и

наложение на поток дополнительных возвратно-поступательных колебаний позволило существенно повысить эффективность процесса отмывки растворимых веществ от осадков. Колонные аппараты более компактны, не содержат движущихся частей и деталей, что снижает их износ, а эффективность промывки составляет 98,0-99,5 %. Однако относительно невысокая производительность (5-20 т/м²сутки) и существенный расход промывной воды (5-20 м³/т твердого) и флокулирующих реагентов (200-300 г/т твердого) не позволяет рекомендовать их в крупнотоннажное производство урана, цветных и редких металлов.

3 Внедрение в нашей стране сорбционной переработки пульп с заглублением помола поставило вопрос об интенсификации процессов классификации твердого материала, выделении и промывки песков, с целью более полного удаления из пульп, поступающих на сорбцию, крупнодисперсной фракции, которая истирает ионообменные смолы. Положительных результатов в этом вопросе удалось достигнуть лишь при использовании колонных аппаратов с пульсационным перемешиванием.

4 Анализ публикаций по вопросу использования секционированных колонных аппаратов с пульсационным перемешиванием для разделения пульп, классификации твердого материала, выделении и промывки песков, полученных преимущественно в гидрометаллургии урана после операции выщелачивания, показывает, что этот процесс до последнего времени оставался недостаточно изученным, хотя и наиболее перспективным для подготовки пульп к сорбции.

5 В ходе исследований процесса гидравлической классификации с одновременной отмывкой ценных растворимых веществ в колонных аппаратах с пульсационным перемешиванием на начальном этапе были допущены некоторые ошибки. В частности, высота секционированной зоны колонных аппаратов, удельная нагрузка по твердой фазе и удельный расход промывной воды были необоснованно завышены, что не позволяло получать пригодные к сорбционной переработке пульпы без дополнительных операций, рекомендовать эти аппараты в проектах новых производств и рассчитывать размеры промышленных аппаратов.

6 Поэтому целью настоящей работы явилось повышение эффективности процесса гидравлической классификации твердого материала с одновременной отмывкой ценных растворимых веществ от песков для подготовки пульп к сорбционной переработке путем использования колонных аппаратов с пульсационным перемешиванием.

Глава 2 Лабораторные исследования процессов классификации твердого материала, выделения и промывки песков

2.1 Характеристика лабораторной установки, методика проведения экспериментов

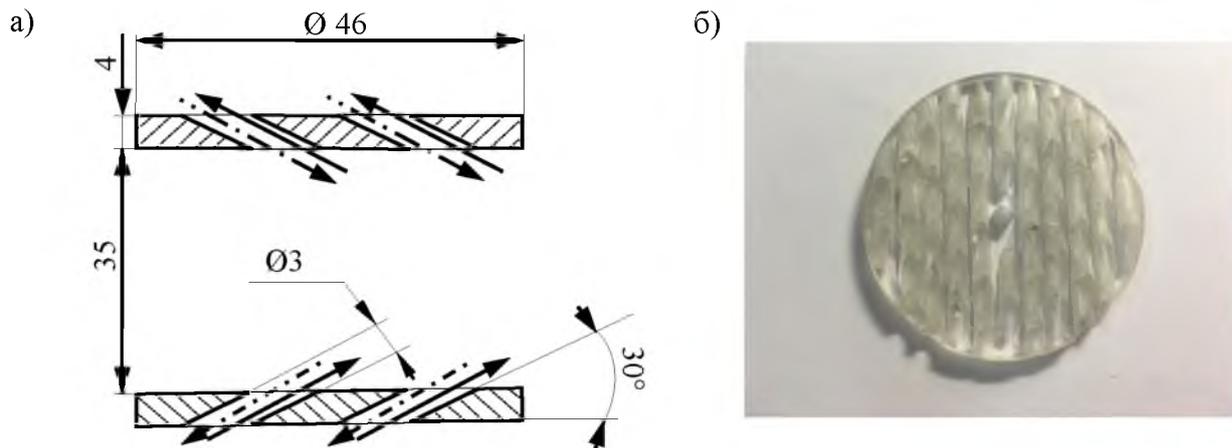
Для изучения и выявления основных закономерностей процессов классификации твердого материала, выделения и промывки песков в вертикальном потоке с пульсационным перемешиванием фаз были проведены исследования на лабораторной установке. Эти эксперименты позволили определить способы осуществления стабильной работы аппарата и надежного регулирования процесса, что способствовало получению высоких результатов при укрупненных испытаниях.

Лабораторная установка, включающая колонный аппарат диаметром 50 мм и высотой 1,6 м, представлена на рисунке 2.1.



Рисунок 2.1 – Лабораторный стенд для исследования процесса классификации твердого материала, выделения и промывки песков в колонном аппарате с пульсационным перемешиванием, включающий колонные аппараты диаметром 70 и 50 мм

Аппарат, рабочая зона которого секционирована контактными массообменными тарелками, выполнен из прозрачного органического стекла. Тарелки толщиной 4 мм изготовлены из органического стекла, на их поверхности просверлены отверстия диаметром 3 мм под углом 30°. Площадь проходного сечения $\varphi=19\%$. Сверления отверстий в соседних тарелках направлены в противоположные стороны, а расстояние между тарелками составляет 35 мм. Внешний вид тарелок и схема движения потока через них представлены на рисунке 2.2.



а) схема движения потока при нагнетании (сплошные стрелки) и сбросе (пунктирные стрелки) давления;
б) внешний вид тарелки

Рисунок 2.2 – Контактные массообменные тарелки

Схема установки, включающей колонный аппарат диаметром 50 мм, на которой проводились исследования закономерностей процессов классификации, выделения и промывки песков, представлена на рисунке 2.3. Колонный аппарат включает верхнюю отстойную камеру 1, цилиндрическую обечайку 2, секционированную контактными массообменными тарелками 3, нижнюю отстойную камеру 4, к которой присоединена пульсационная камера 5 диаметром 24 мм и высотой 800 мм, пульсопровод 6, соединенный с пульсатором 7. В нижней части пульсационной камеры расположен патрубок 8 для подачи промывного раствора. Рабочая зона колонного аппарата снабжена семью пробоотборниками 9, расстояние между которыми составляет 170 мм. Перед пульсатором 7 установлен ресивер 11, в который подается сжатый воздух. Амплитуда колебаний регулируется с помощью вентиля 13 и 14, давление сжатого воздуха в ресивере измеряется манометром 12. Расход промывного раствора, поступающего из напорной емкости 15, определяется с помощью ротаметра 10. Разгрузка промытых песков выполняется с помощью вентиля 16.

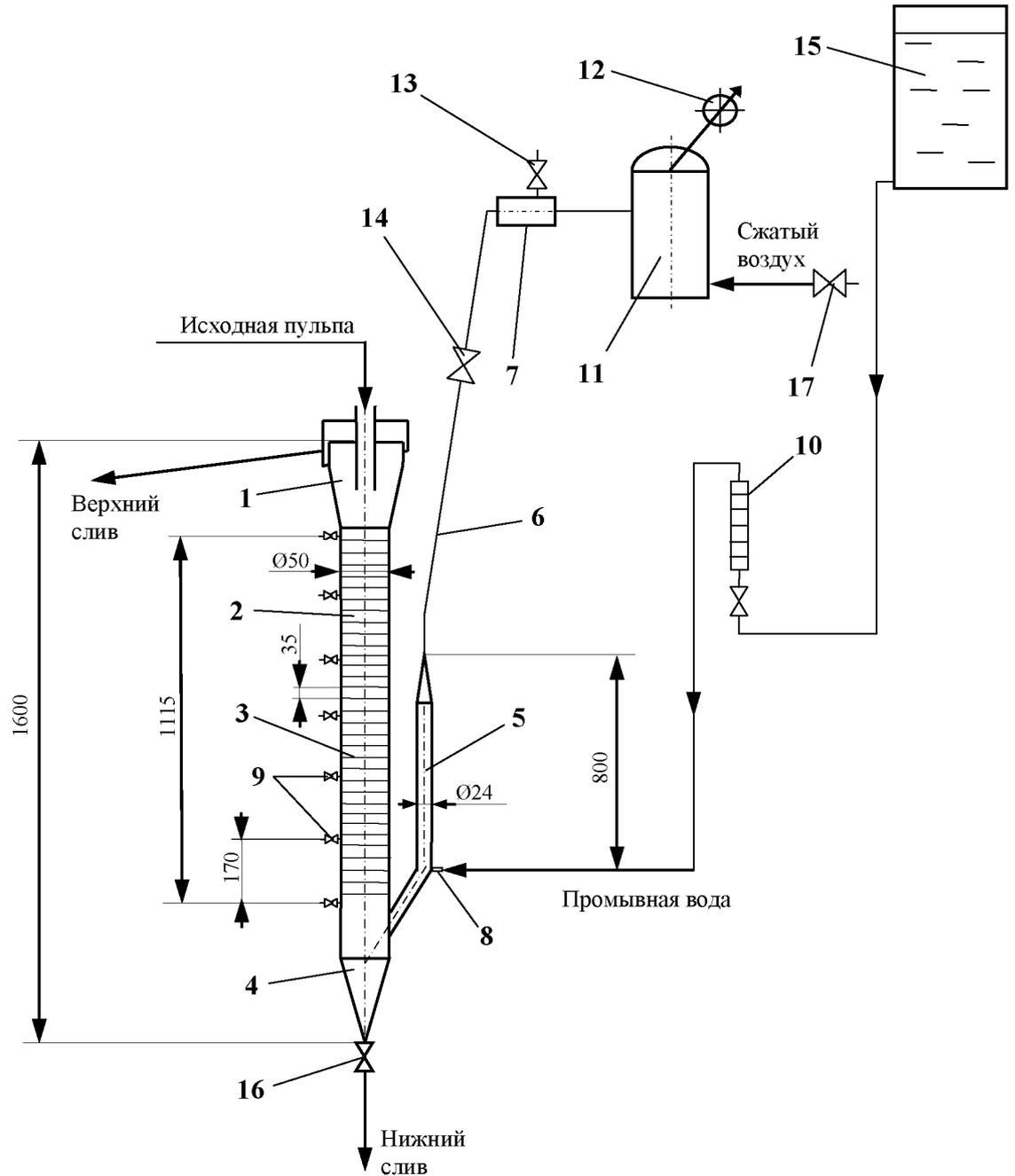


Рисунок 2.3 – Схема установки, включающей колонный аппарат с пульсационным перемешиванием диаметром 50 мм

Работа на установке осуществляется следующим образом. Колонный аппарат через патрубок 8 заполняется водой. Через пульсационную камеру 5, соединенную с компрессором, в аппарат нагнетаются возвратно-поступательные колебания, частота и амплитуда которых регулируются и задаются для каждого опыта. Граница колебаний (граница раздела фаз жидкость-воздух) устанавливается визуально в нижней части пульсационной камеры на расстоянии 100-200 мм от места ее врезки в рабочую камеру 2. После стабилизации границы

колебаний в колонный аппарат через верхнюю отстойную камеру 1 подается пульпа, полученная после выщелачивания.

В результате работы колонного аппарата с пульсационным перемешиванием крупные и более тяжелые твердые частицы исходной пульпы (пески) под действием силы тяжести осаждаются в нижнюю часть колонного аппарата 4 и затем разгружаются. Маточный раствор и мелкодисперсные твердые частицы выносятся восходящим потоком промывной жидкости в верхнюю отстойную камеру 1 и через патрубок выводятся из процесса.

По мере поступления и накопления промытых песков в нижней части рабочей зоны колонного аппарата первоначально установленного давления сжатого воздуха уже становится недостаточно для поддержания границы колебаний в пульсационной камере на прежнем уровне, и граница колебаний в ней начинает подниматься вверх. Перемещение границы колебаний в верхнюю половину пульсационной камеры выше установленной отметки является сигналом к разгрузке аппарата. Путем открытия вентиля 16 накопленные пески выгружаются из колонного аппарата, количество песков в его рабочей части уменьшается, в результате чего граница колебаний в пульсационной камере опускается и возвращается на прежний уровень. Разгруженные пески направляются в отвал или на другие операции, предусмотренные конкретной технологической схемой.

Методика проведения экспериментов заключалась в следующем. В колонный аппарат диаметром 50 мм и высотой 1,6 м, заполненный промывным раствором (водой) снизу через ротаметр 10 с расходом 200-350 см³/мин подавалась вода из расчета 1-1,5 м³/т твердого материала. Через ресивер 11 и пульсатор 7 в колонный аппарат поступал сжатый воздух, в результате чего в аппарате создавались возвратно-поступательные колебания с определенной частотой и амплитудой. Граница колебаний (граница раздела фаз в системе жидкость-воздух) первоначально устанавливалась в нижней части пульсационной камеры. Частота колебаний в период проведения экспериментов определялась числом оборотов пульсатора, являлась постоянной величиной и составляла 32 мин⁻¹. Амплитуда колебаний регулировалась при помощи вентиля 13 и 14. После установления величин интенсивности колебаний и расхода промывной воды сверху в питательный стакан верхней отстойной камеры подавалась пульпа плотностью 1450-1550 кг/м³ с постоянным расходом 250-260 см³/мин и концентрацией ценного растворимого компонента 1-1,5 г/дм³.

На рисунке 2.4 представлен материальный баланс одного из опытов, проведенных на лабораторной установке в колонном аппарате с пульсационным перемешиванием диаметром 50 мм и высотой 1,6 м, при среднем расходе исходной пульпы 252 см³/мин (производительность аппарата 153 т/(м²сутки)), расходе промывной воды 270 см³/мин, частоте колебаний 32 мин⁻¹ и амплитуде пульсаций 20 мм.

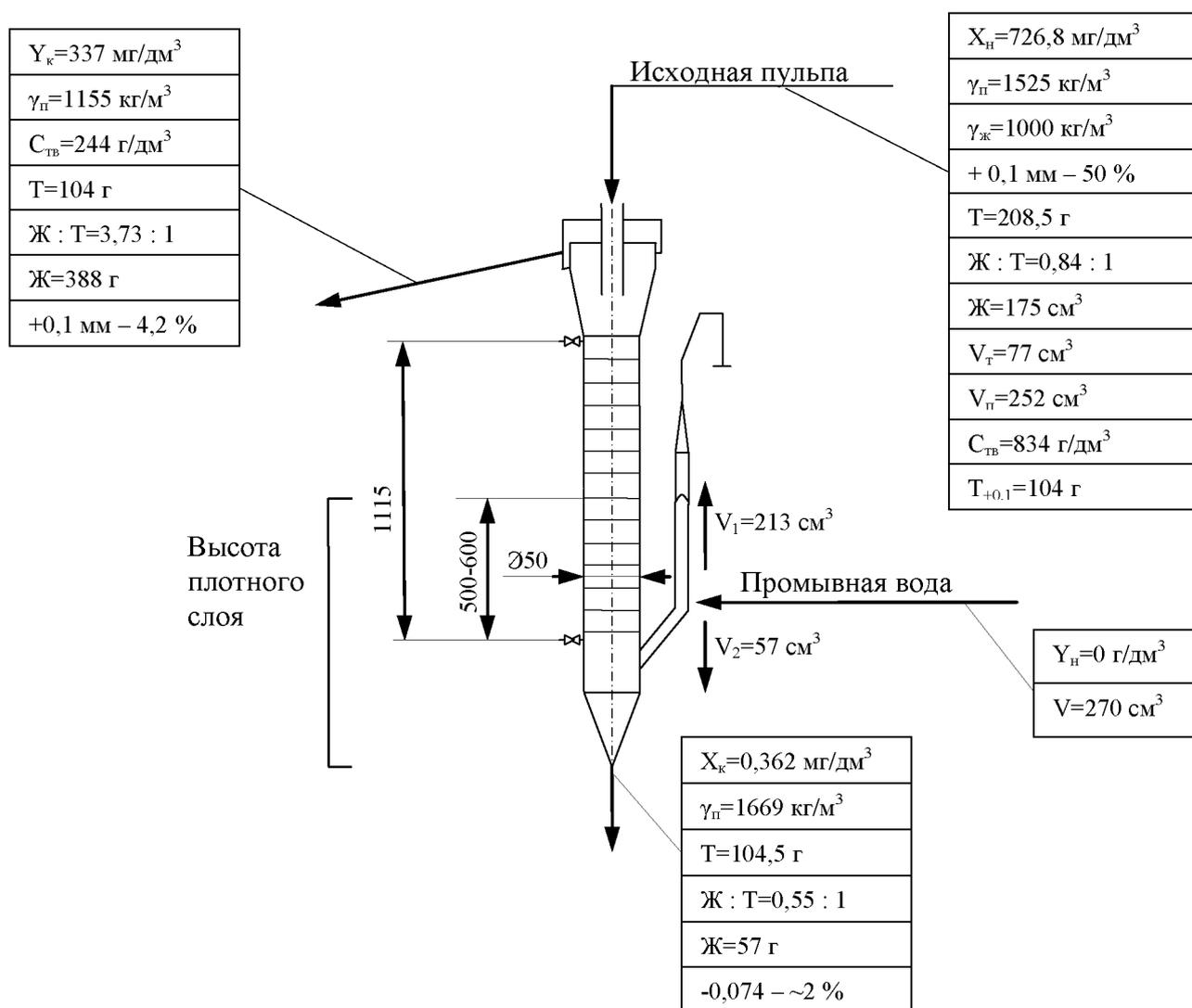


Рисунок 2.4 – Результаты процесса классификации твердого материала и отмывки растворимых веществ от песков в колонном аппарате с пульсационным перемешиванием диаметром 50 мм (расчет материального баланса для времени работы 1 мин)

Исходный материал, поступающий в колонный аппарат, представлял собой пульпу, полученную после выщелачивания руды Эльконского месторождения. Минеральный и химический составы пробы представлены в таблице 2.1 и 2.2 соответственно.

Процесс промывки контролировали по содержанию уран во влаге промытых песков, впоследствии для простоты, в качестве определяемого элемента стали использовать медь (Cu^{2+}) путем добавления в пульпу в качестве маркера расчетного количества медного купороса.

Определение концентрации меди в пробах осуществлялось методом атомно-абсорбционной спектрометрии [104] в Испытательно-аналитическом центре АО «ВНИИХТ» на приборе AGILENT AA240FS с системой Fast Sequential (быстрый последовательный анализ). Метод заключается в том, что исследуемое вещество вводят в ацетилен-воздушное пламя

($t=2300\text{ }^{\circ}\text{C}$), одновременно пламя освещают светом с непрерывным спектром. В полученном спектре интенсивность света в области характеристических частот будет меньше интенсивности ближайших соседних участков спектра. Ослабление интенсивности в области характеристических частот измеряют при помощи фотоэлектрической установки. Между ослаблением интенсивности линии, характерной для данного элемента, и концентрацией этого элемента в исследуемой пробе наблюдается линейная зависимость. Предел измерения для меди составляет $0,00003\text{ г/дм}^3$. Для определения содержания в пробах урана (предел измерения для AGILENT AA240FS $0,4\text{ г/дм}^3$) использовали титриметрический метод, основанный на титровании урана (IV) ванадатом аммония [105].

Таблица 2.1 – Минеральный состав исходного материала

Наименование	Содержание, %	Наименование	Содержание, %
Калишпат	25,20	Барит	0,50
Кварц	27,40	Апатит	1,18
Плагиоклаз	18,00	Флюорит	1,00
Карбонаты	8,36	Пирит, марказит	5,38
Амфиболы, пироксены	1,40	Магнетит, гидроксиды железа	2,50
Биотит, хлорит	1,50	Минералы Ti	1,00
Сероцит, гидрослюда	5,79	Минералы U	0,20

Таблица 2.2 – Химический состав исходного материала (основные соединения)

Наименование	Содержание, %	Наименованием	Содержание, %
SiO ₂	57,88	Na ₂ O	1,60
TiO ₂	1,20	K ₂ O	6,63
Al ₂ O ₃	10,80	P ₂ O ₅	0,50
Fe ₂ O ₃	3,50	V ₂ O ₅	0,06
FeO	1,52	CaF ₂	1,00
MnO	0,12	CaCO ₃	9,00
MgO	1,79	S _{общ}	3,20
CaO	5,10	U	0,12

Для определения гранулометрического состава твердой фазы исходной пульпы, верхнего слива, нижней разгрузки и проб по высоте колонного аппарата использовали набор сит с крупностью проходного отверстия 0,315, 0,16, 0,1, 0,074 мм. Также для получения более

полного представления о распределении классов крупности по продуктам гранулометрический состав твердой фазы всех проб определяли в испытательно-аналитическом центре АО «ВНИИХТ» на лазерном анализаторе размера частиц HORIBA LA300, путем регистрации под разными углами оптического излучения, рассеянного частицами в проточной кювете.

В таблице 2.3 представлена ситовая характеристика пробы. Из таблицы 2.3 видно, что содержание песков класса плюс 0,1 мм в исходном материале находится на уровне 40-41 %. В отдельных опытах этот показатель менялся в пределах 35-45 %. Процесс классификации контролировали по содержанию частиц крупностью плюс 0,1 мм в верхнем сливе аппарата.

Таблица 2.3 – Ситовая характеристика исходного материала (среднее значение)

Размер частиц, мм	+0,315	-0,315+0,16	-0,16+0,1	-0,1+0,074	-0,074
Содержание, %	0,53	14,03	26,20	28,20	31,04

Режим работы аппарата условно можно разделить на два этапа. На первом этапе, который длился в течение 10 минут, в колонный аппарат с определенными постоянными расходами поступали пульпа и промывная вода. В результате первого этапа происходил процесс классификации твердой фазы на пески и шламы. Осаждающиеся пески заполняли нижнюю отстойную камеру и нижнюю часть секционированной рабочей зоны аппарата. В этот период времени разгрузка накапливающихся песков из аппарата не проводилась. Высота накопленного колеблющегося плотного слоя песков в нижней части рабочей зоны аппарата составляла около 0,7 м.

Второй этап соответствовал работе колонного аппарата в условиях установившегося режима, при котором накопленный в нижней части рабочей зоны аппарата слой песков поддерживался на постоянном уровне (0,7 м) при периодической разгрузке промытых песков. Регулирование процесса вели по изменению границы колебаний в пульсационной камере. По мере поступления твердой фазы в колонный аппарат граница раздела фаз в пульсационной камере поднималась вверх. При достижении границей колебаний определенного, заранее установленного уровня, открывали вентиль 16 нижней разгрузки и выводили накопленные пески в нижний слив. После того как граница колебаний в пульсационной камере опускалась до прежнего уровня – перекрывали вентиль.

Через 40-45 минут работы аппарата в установившемся режиме отбирали через пробоотборники пробы в рабочей зоне аппарата, а также пробы верхнего слива и нижней разгрузки.

Отобранные пробы подвергались следующим аналитическим исследованиям. Измерялись плотности верхнего (шламы) и нижнего (пески) сливов. В растворе верхнего слива и влаге промытых песков определяли содержание ценного растворимого компонента. Кроме этого определяли гранулометрический состав твердой фазы верхней и нижней разгрузок колонного аппарата. В первую очередь нас интересовало содержание частиц крупностью плюс 0,1 мм в пробе верхнего слива и содержание частиц крупностью минус 0,074 мм в нижней разгрузке песков. Пробы, отобранные по высоте колонного аппарата, также анализировались на содержание ценного растворимого компонента с целью выявления распределения его в рабочей зоне аппарата. Помимо этого проводили анализы на содержания частиц класса плюс 0,1 мм и минус 0,074 мм в пробах по высоте колонного аппарата для определения влияния накопленного плотного слоя песков на эффективность отмывки. Пробы, отбираемые по высоте аппарата, позволяли определять массовые доли твердого материала в конкретных участках колонного аппарата и скорости восходящего потока в зоне свободного осаждения и в накопленном плотном слое песков.

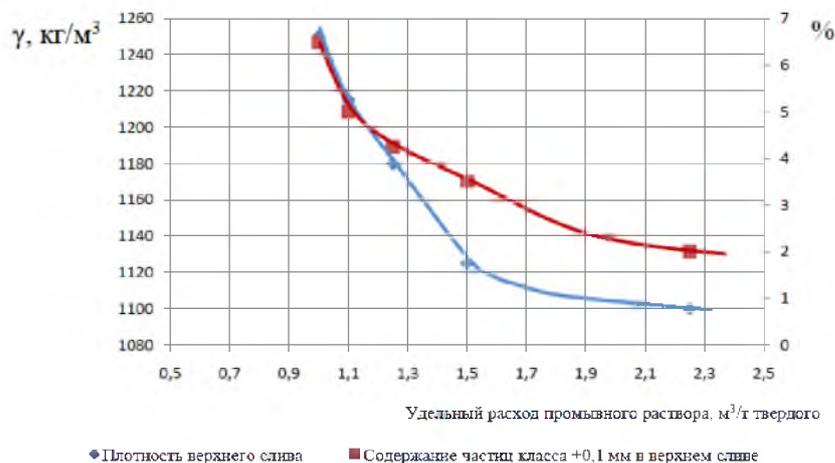
2.2 Исследование влияния основных параметров работы аппарата на эффективность процесса

В ходе проведенных исследований нами были выявлены основные закономерности процесса классификации и промывки [106].

Одной из определяющих величин, в наибольшей степени влияющей на эффективность процесса классификации твердого материала, выделение песков и отмывку ценного компонента, является удельный расход промывной жидкости. С увеличением расхода промывного раствора эффективность промывки твердого материала возрастает, приближаясь к 100 %. При этом увеличение удельного расхода промывной жидкости приводит к разбавлению пульпы верхнего слива, снижению концентрации твердых частиц и выпадению песковых фракций из верхней отстойной камеры в цилиндрическую обечайку. Вследствие этого снижается содержание частиц крупностью плюс 0,1 мм в верхнем сливе. Однако увеличение расхода промывной жидкости ведет к снижению концентрации ценного компонента в шламовой пульпе. Зависимость плотности верхнего слива колонного аппарата и содержания частиц класса плюс 0,1 мм в шламах от удельного расхода промывного раствора в пределах от 1 до 1,5 м³/т твердого представлена на рисунке 2.5.

С величиной удельного расхода промывного раствора непосредственно связана такая величина, как скорость восходящего потока V_0 . Скорость восходящего потока влияет, прежде всего, на эффективность отмывки. Чем выше этот показатель, тем больше разность между

скоростью выноса и отделения шламов от песков и скоростью их осаждения совместно с крупнодисперсным твердым материалом. Следовательно, чем выше V_6 , тем большее количество мелких частиц уносится восходящим потоком из рабочего объема колонного аппарата в верхний слив.



Режим работы: частота 32 мин^{-1} , амплитуда – 20 мм, производительность – $153 \text{ т}/(\text{м}^2 \text{сутки})$

Рисунок 2.5 – Влияние удельного расхода промывной жидкости на технологические показатели верхнего слива

Однако, с ростом скорости подачи промывного раствора, равно как и с увеличением удельного расхода промывной жидкости, происходит разбавление шламовой пульпы верхнего слива и снижение концентрации ценного растворимого компонента в верхнем продукте. Следует отметить, что с увеличением скорости промывного раствора эффективность классификации E_k увеличивается, за счет более полного выноса шламовых частиц, скорость осаждения которых меньше величины V_6 . При этом дальнейшее увеличение V_6 ведет к тому, что частицы с большей скоростью осаждения, т.е. более крупные частицы, также начинают выноситься в верхний слив, что снижает эффективность классификации. Влияние скорости восходящего потока на показатели процесса промывки и классификации показаны на рисунках 2.6 и 2.7.

Из многочисленных литературных источников [74, 92, 96, 101] известно, что на эффективность массообменных процессов, проводимых в колонных аппаратах, отрицательный эффект оказывает продольное перемешивание фаз. При этом коэффициент продольного перемешивания сплошной (жидкой) фазы в 5-10 раз выше коэффициента продольного перемешивания дисперсной (твердой) фазы. В литературе [92, 101] также отмечено, что наличие твердой фазы при проведении двухфазных процессов в системе жидкость-твердое ведет к снижению коэффициента продольного перемешивания в сплошной фазе. Эти выводы способствовали тому, что был предложен нетрадиционный подход при осуществлении

процесса классификации и промывки в колонном аппарате с пульсационным перемешиванием за счет создания в аппарате плотного слоя песков. Помимо вышесказанного, наличие плотного слоя увеличивало время пребывания материала в рабочем пространстве аппарата, и, следовательно, время контакта фаз.

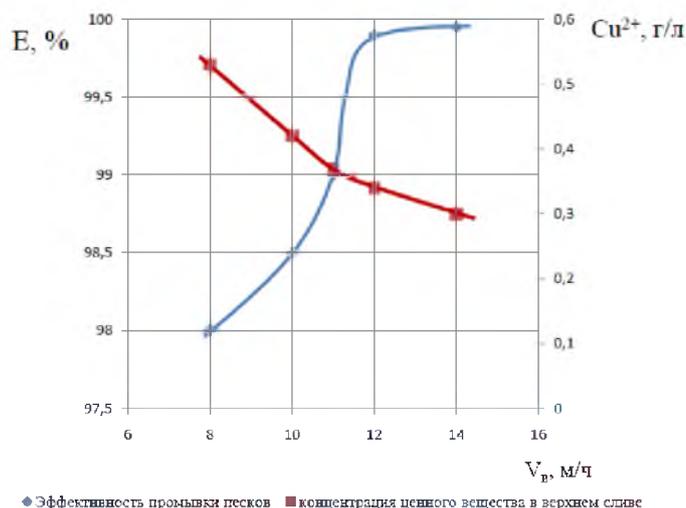


Рисунок 2.6 – Влияние скорости восходящего потока промывного раствора ($V_в$) на показатели процесса промывки

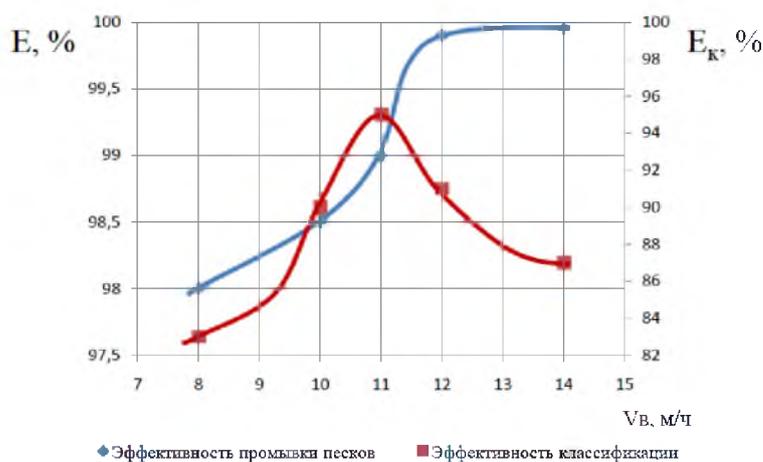


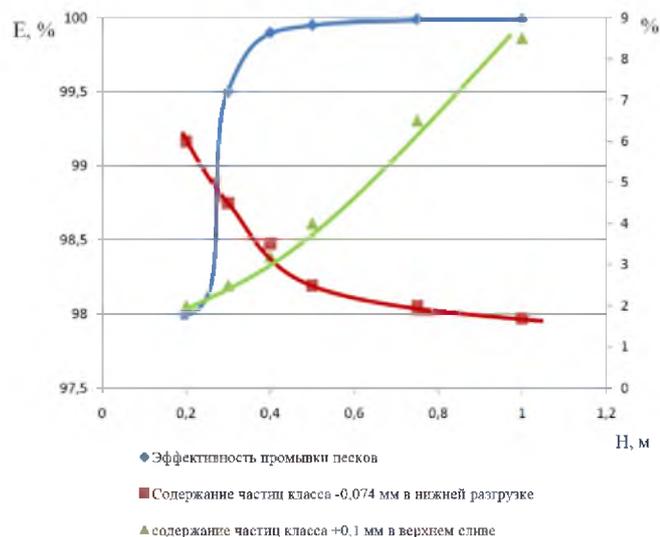
Рисунок 2.7 – Влияние скорости восходящего потока на эффективность классификации и промывки

Работу на установке вели в режиме накопления и поддержания в рабочем объеме колонны на одном уровне плотного слоя песков, который препятствует попаданию шламов класса минус 0,074 мм, адсорбирующих частицы ценного растворимого компонента, в нижнюю разгрузку. Такое техническое решение является важным условием для получения высоких показателей процесса классификации, выделения и промывки песков в колонном аппарате.

Экспериментально подтверждено, что чем выше плотный слой, тем меньшее количество шламов поступает в нижний слив и тем выше эффективность отмывки растворимых веществ. Однако при увеличении высоты плотного слоя песков выше рекомендуемого значения уменьшается зона свободного осаждения песков, и увеличивается концентрация песковых фракций в верхнем сливе.

На рисунке 2.8 представлена зависимость технологических показателей работы колонного аппарата с пульсационным перемешиванием от высоты плотного защитного слоя.

Зная высоту рабочей зоны колонного аппарата (H_p), которая для нашей установки составила 1,15 м, можно выразить высоту плотного слоя (H) через долю H_p . Таким образом, оптимальная высота плотного слоя песков для процесса классификации и промывки должна составлять $(0,3 \div 0,5)H_p$, что подтверждается экспериментальными данными.



Режим работы: частота 32 мин^{-1} , амплитуда – 20 мм, производительность – $153 \text{ т}/(\text{м}^2 \text{сутки})$

Рисунок 2.8 – Влияние высоты защитного слоя (H) на технологические показатели процесса

На основании полученных результатов, было установлено, что наличие плотного слоя песков в рабочей зоне аппарата, является основным фактором интенсификации процесса.

Одним из важнейших показателей работы колонного аппарата является величина удельной производительности по твердому материалу Q ($\text{т}/(\text{м}^2 \text{сутки})$). По мере увеличения нагрузки по твердой фазе в колонном аппарате выше определенного значения, в том числе и при увеличении расхода промывной воды, наблюдается снижение таких технологических показателей как эффективность отмывки ценных растворимых веществ от песков и эффективность классификации по заданному граничному зерну. Это происходит вследствие того, что в отстойной камере и в верхней части цилиндрической обечайки за счет увеличения

концентрации песков наблюдается снижение скорости осаждения твердого материала и, как следствие, увеличение выноса мелких песковых фракций в слив.

Зависимость технологических показателей работы колонного аппарата от величины удельной нагрузки по твердому материалу показана на рисунке 2.9.



(при удельном расходе промывной воды $1,1 \text{ м}^3/\text{т}$ твердого материала)

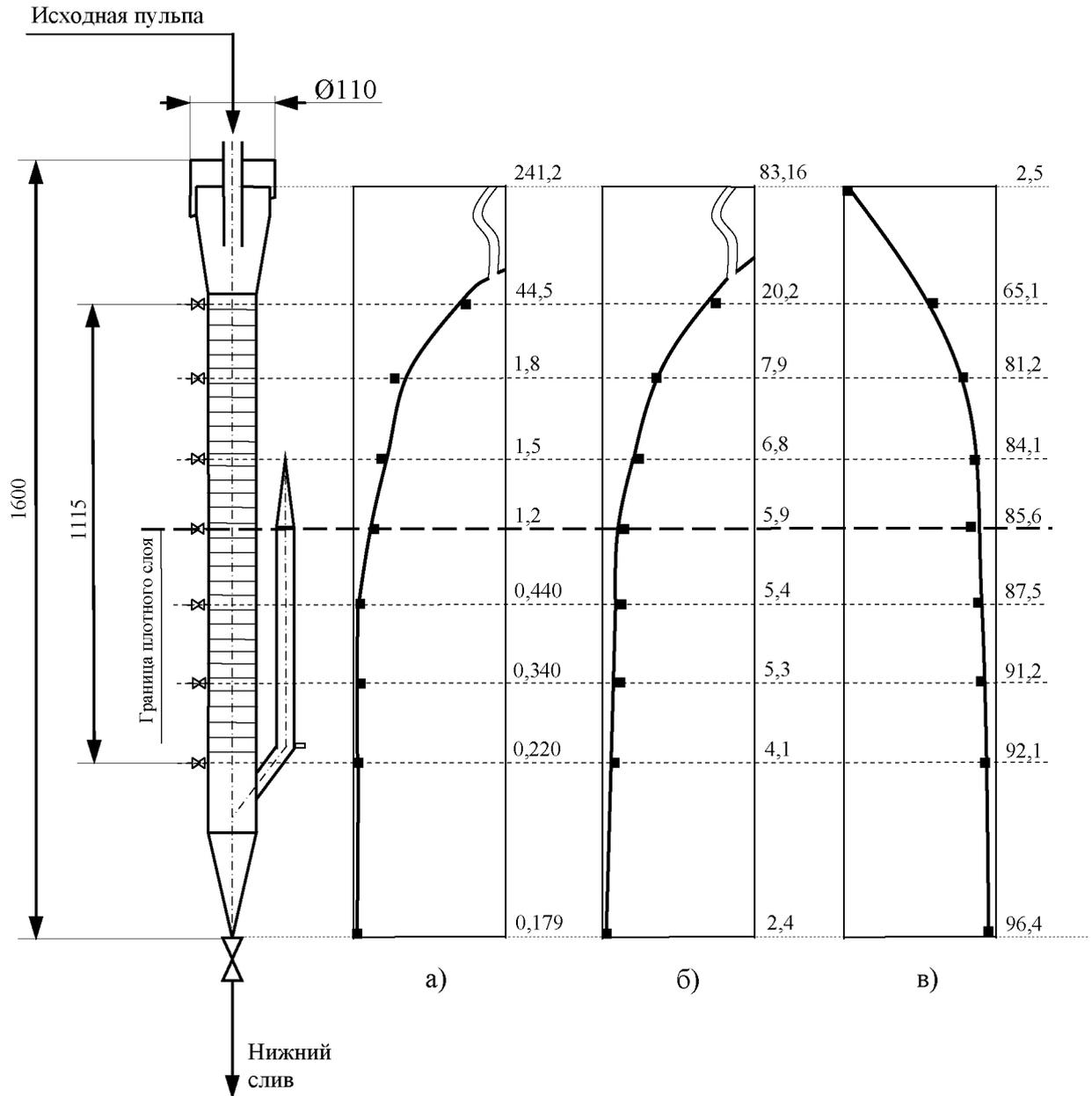
Рисунок 2.9 – Влияние удельной нагрузки по твердому материалу (Q) на технологические показатели

Высокая эффективность процесса классификации твердого материала, выделения и промывки песков достигается во многом благодаря реализации приема накопления и поддержания на постоянном уровне в цилиндрической обечайке колонного аппарата плотного слоя песков. С целью определения влияния плотного слоя на основные технологические показатели работы установки осуществляли отбор проб из пробоотборников, равномерно расположенных по высоте колонного аппарата.

Эти пробы в первую очередь анализировались на содержание ценного компонента, количество частиц классов крупности минус $0,074 \text{ мм}$ (шламы) и плюс $0,1 \text{ мм}$ (пески).

Изменение концентрации ценного компонента, содержания шламов и песков по высоте колонного аппарата в графическом виде представлено на рисунке 2.10.

Было установлено, что содержание ценного компонента от нижней разгрузки колонного аппарата до границы плотного слоя изменяется от $0,179 \text{ мг/дм}^3$ до $0,44 \text{ мг/дм}^3$. При этом концентрация ценного компонента на границе (плотный слой) – (зона свободного осаждения) заметно увеличивается с $0,44 \text{ мг/дм}^3$ до $1,2 \text{ мг/дм}^3$ и далее возрастает до конечного содержания в верхнем сливе $241,2 \text{ мг/дм}^3$.



а) концентрация Cu^{2+} , мг/дм³; б) содержание класса -0,074 мм, %;

в) содержание класса +0,1 мм, %.

Режим работы: частота 32 мин⁻¹, амплитуда – 20 мм,

производительность – 153 т/(м²·сутки)

Рисунок 2.10 – Результаты процесса классификации твердого материала и отмычки ценного растворимого компонента от песков по высоте колонного аппарата с пульсационным перемешиванием

Схожая картина наблюдается и при анализе проб на содержание частиц класса минус 0,074 мм. В нижней разгрузке содержание шламов оценивается в 2,4 %. Анализ проб, расположенных по высоте плотного слоя, показывает изменение концентрации шламов от 4,1

до 5,4 %. В зоне выше границы (плотный слой) – (зона свободного осаждения) содержание частиц резко увеличивается с 5,9 до 6,8 % частиц класса минус 0,074 мм и далее значительно растет в зоне свободного осаждения песков, достигая в пробе верхнего слива содержания 83,16 %.

Эти анализы показывают, что при предотвращении попадания в плотный слой песков шламов, адсорбирующих на своей поверхности ценные растворимые компоненты, возрастает эффективность промывки.

Анализ проб по высоте цилиндрической обечайки колонного аппарата также позволяет определить влияние высоты накопленного плотного слоя песков на содержание частиц плюс 0,1 мм в верхнем сливе. Было подтверждено, что рекомендуемая высота плотного слоя песков до 0,7 м позволяет получить не только высокие показатели промывки песков, но и за счет достаточно большой высоты зоны свободного осаждения твердого материала получить в верхнем сливе количество песков на уровне 2,5 % и в нижней разгрузке 96,4 %.

2.3 Оценка эффективности классификации

Важным показателем работы колонного аппарата с пульсационным перемешиванием является эффективность классификации твердого материала. Эффективность классификации характеризуется распределением частиц заданной крупности по продуктам. Так для верхнего слива, направляемого в дальнейшем на сорбционную переработку, имеет значение содержание частиц класса плюс 0,1 мм, которые в большей мере вызывают истирание смолы и накапливаются в «мертвых зонах» аппаратов сорбции. Для нижней разгрузки большое значение имеет содержание шламов крупностью минус 0,074 мм, которые адсорбируют на своей поверхности ценный растворимый компонент.

Существенное влияние на распределение частиц по граничному зерну, как отмечалось в предыдущем разделе, оказывает плотный слой песков, накапливаемый и поддерживаемый на постоянном уровне в течение всего процесса. Плотный слой предотвращает попадание шламов в промытые пески, но при этом накапливание слоя выше рекомендуемых значений ведет к увеличению содержания песковой фракции в верхнем сливе.

На рисунках 2.11 и 2.12 представлены результаты гранулометрического анализа твердой фазы исходной пульпы, верхнего слива, нижней разгрузки и проб по высоте колонного аппарата, полученных в одном из опытов. Из рисунка 2.11 видно, что твердый материал в исходной пульпе представлен частицами различных классов крупности от 0,0002 мм до 0,5 мм. При этом в верхний слив переходят практически полностью классы крупностью минус 0,1 мм, а также частично на уровне 3,5 % от общего количества твердого материала выносятся пески

крупностью плюс 0,1 мм. Остальные частицы класса крупности менее 0,5 и более 0,1 мм переходят в нижнюю разгрузку колонного аппарата, захватывая до 2 % мелких фракций крупностью минус 0,1 мм.

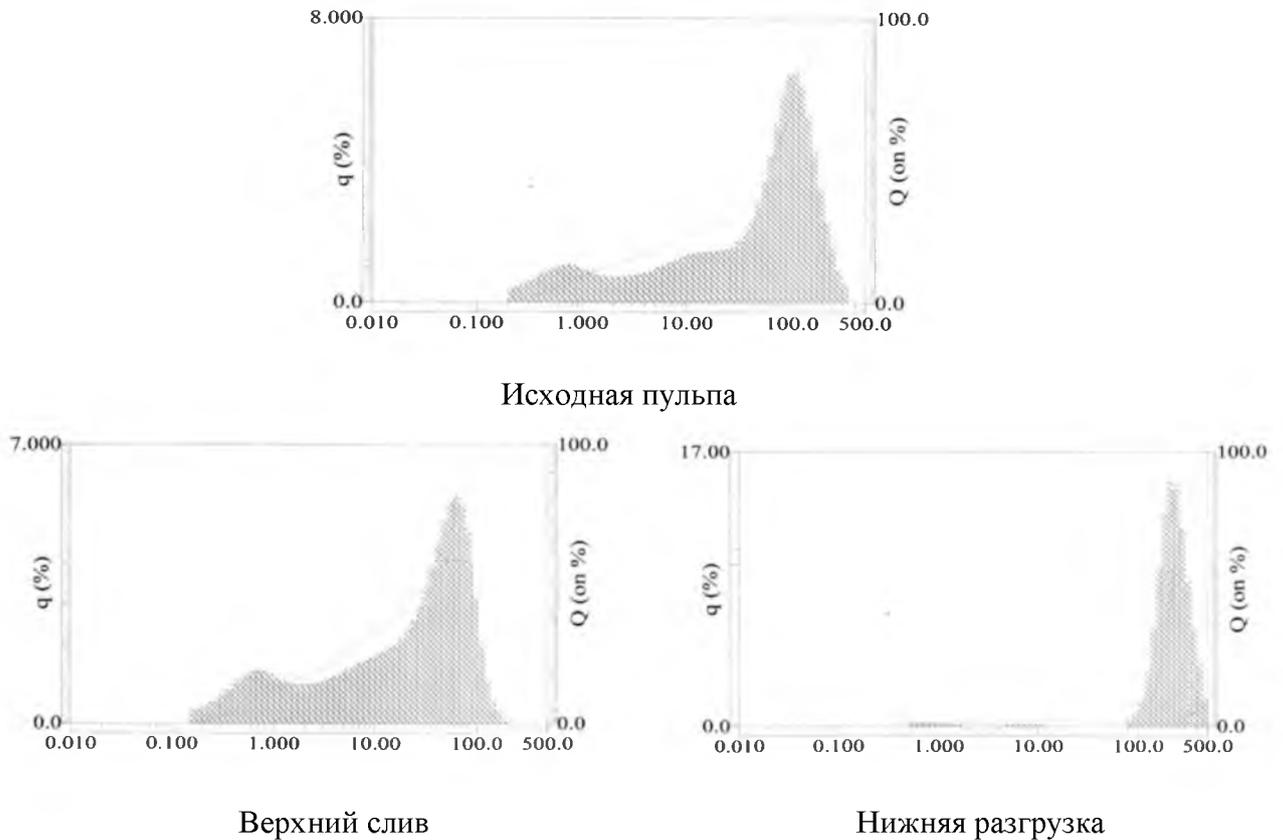


Рисунок 2.11 – Гранулометрический состав исходной пульпы, верхнего слива и нижней разгрузки колонного аппарата
(q – содержание класса крупности, Q – извлечение класса, горизонтальная шкала – класс крупности (мкм))

На рисунке 2.12 представлены результаты гранулометрического анализа проб по высоте колонного аппарата. Из рисунка 2.12 видно, что содержание крупных классов (более 0,1 мм) практически не изменяется по высоте, это в первую очередь обуславливается наличием плотного слоя, состоящего из песков, который заполняет нижнюю часть колонны. При этом содержание частиц крупностью минус 0,1 мм постепенно снижается – составляя в первой пробе по высоте около 10 %, а в седьмой всего 2 %.

Таким образом, ситовые характеристики проб наглядно демонстрируют эффективность классификации твердого материала, а также подтверждают суждение о том, что плотный слой предотвращает попадание шламов в нижнюю разгрузку.

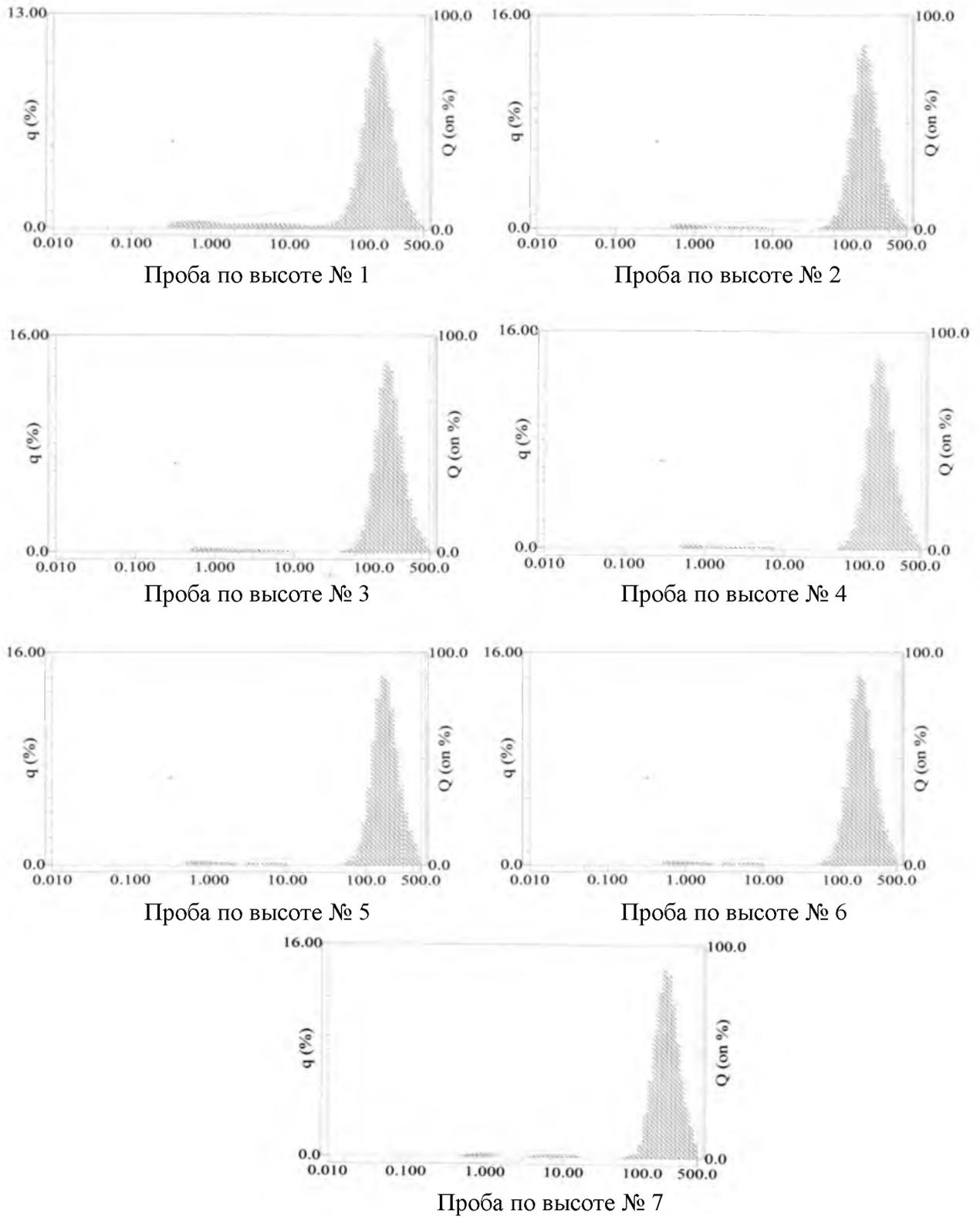


Рисунок 2.12 – Гранулометрический состав проб по высоте колонного аппарата
 (q – содержание класса крупности, Q – извлечение класса,
 горизонтальная шкала – класс крупности (мкм))

На основании полученных результатов можно дать оценку эффективности работы колонного аппарата как классификатора. Критерием работы классификатора является коэффициент разделения, который рассчитывается как отношение выхода фракции в продукт к ее содержанию в исходном материале. В обогащении принято использовать графическую зависимость коэффициентов разделения для каждой фракции в продукте ε (%) от крупности частиц этой фракции. Такая зависимость называется кривой разделения Тромпа [107]. Значение кривой Тромпа в том, что она не зависит от химического состава разделяемых материалов, а определяется типом используемого классификатора. На рисунке 2.13, представлена кривая Тромпа, полученная нами в результате проведения процесса классификации в колонном аппарате с пульсационным перемешиванием.

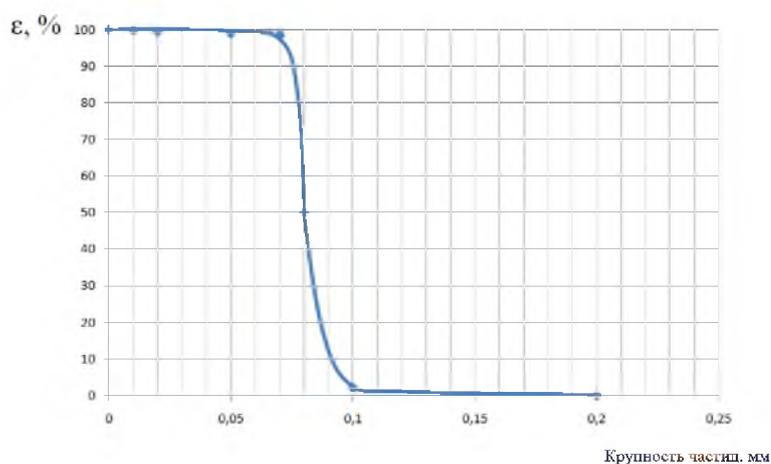


Рисунок 2.13 – Кривая разделения Тромпа для процесса классификации в колонном аппарате с пульсационным перемешиванием

Из рисунка 2.13 видно, что процесс классификации в колонном аппарате проходит с высокой точностью разделения по граничному зерну 0,08 мм. Показатель эффективности разделения в аппарате – вероятное отклонение E_p – определяется как половина разности между величинами крупности класса, извлечение которого составило 25 %, и класса, извлечение которого составило 75 %. Для наших опытов эта величина составила 0,00375. Как отмечается [107], чем ниже значение E_p и, следовательно, меньше различие в интервале крупности разделяемых продуктов, тем более эффективно проходит разделение в классификаторе.

Для расчета эффективности процесса классификации твердого материала был предложен [108-110] целый ряд формул, однако все они тождественны критерию Ханкока-Луйкена, поэтому для определения эффективности классификации в колонном аппарате с пульсационным перемешиванием мы использовали рекомендованную [102] формулу (1.6).

Подставляя в формулу (1.6) значения, полученные экспериментально для одного из опытов, получаем:

$$E_k = \frac{(0,45 - 0,015)(0,95 - 0,45)}{0,45(1 - 0,45)(0,95 - 0,015)} \cdot 100 = 94,0 \%$$

Данное значение E_k удовлетворяет требованиям для процесса классификации. За время работы на колонном аппарате были получены значения эффективности в пределах 90,0-96,0 %, что превышает аналогичные показатели для аппаратов традиционно используемых для разделения пульп (гидроциклоны и спиральные классификаторы).

Оценка процесса классификации в колонном аппарате с пульсационным перемешиванием показала, что данный тип классификаторов является эффективным оборудованием, способным разделять исходный твердый материал с высокими показателями.

2.4 Влияние отрицательного эффекта продольного перемешивания на процессы диффузионной промывки в колонных аппаратах

Известно, что при переходе от лабораторных и укрупненных колонных аппаратов к промышленным образцам, при увеличении площади сечения аппаратов в десятки и сотни раз, технологические показатели снижаются вследствие отрицательного явления продольного перемешивания жидкой и твердой фаз [111, 112]. Снижение эффективности процесса выражается в увеличении высоты эквивалентной одной теоретической ступени разделения $h'_{эkv}$, которая складывается из массопередачи при работе аппарата в режиме вытеснения и диффузионных добавок, возникающих вследствие продольного перемешивания обеих фаз [113]. Величина $h'_{эkv}$ колонных аппаратов определяется [97] по уравнению:

$$h'_{эkv} = h_{км} + h_{\partial} = \frac{w}{K \times S} + \left(\frac{E_c}{w_c} + \frac{E_d}{w_d} \right), \quad (2.1)$$

где $h_{км}$ – составляющая $h'_{эkv}$, обусловленная истинным коэффициентом массопередачи (истинная $h'_{эkv}$), см;

h_{∂} – составляющая $h'_{эkv}$, обусловленная продольной диффузией (диффузионная добавка), см;

w – скорость движения фаз, см/с;

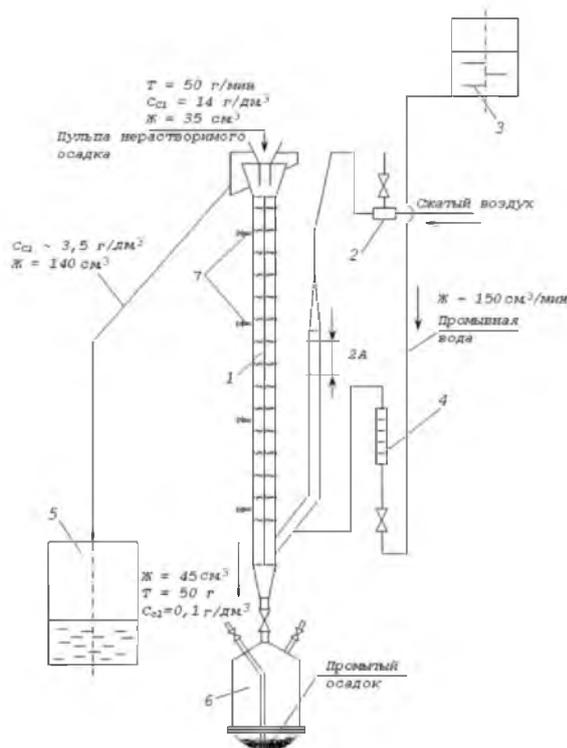
K – коэффициент массопередачи, см/с;

S – удельная поверхность контакта фаз, см²/см³;

w_c – скорость сплошной фазы, см/с;

w_d – скорость дисперсной фазы, см/с.

Для оценки величины $h'_{экс}$ и ее составляющих на лабораторной установке, изображенной на рисунке 2.13, включающей колонный аппарат с пульсационным перемешиванием диаметром 50 мм и высотой рабочей зоны 1,6 м, нами проведены исследования процесса промывки нерастворимого осадка, образующегося после выщелачивания серпентинита в технологии получения металлического магния [114]. Данный материал по своим характеристикам (крупность, насыпная масса и т.п.) соответствовал твердому материалу, используемому нами ранее, и был доступен в больших количествах для проведения исследований.

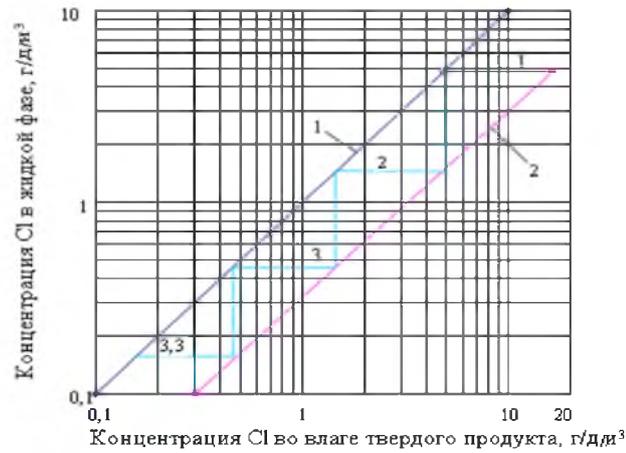


1 – колонный аппарат; 2 – пульсатор; 3 – напорный бак; 4 – ротаметр; 5 – бак для приема промывного раствора; 6 – гидротранспортная емкость; 7 – патрубки для отбора проб

Рисунок 2.13 – Лабораторный аппарат с пульсационным перемешиванием для промывки нерастворимого осадка

Исследования проводились при различных интенсивностях пульсации I равных 500, 700, 900 и 1150 мм/мин. Эффективность процесса промывки контролировали по содержанию хлор-иона в жидкой фазе. Высоту, эквивалентную одной теоретической ступени разделения, определяли графоаналитическим способом. Для этого в установившемся режиме в полностью заполненном осадком аппарате при постоянном расходе промывной воды 150 см³/мин и загрузке твердого около 50 г/мин с крупностью от минус 0,3 до плюс 0,1 мм отбирались пробы из четырех пробоотборников. Разгрузка промытого осадка осуществлялась в гидротранспортную емкость. На основании полученных результатов строили линии рабочих и равновесных концентраций в логарифмической системе координат, показанные на

рисунке 2.14, и определяли число теоретических ступеней изменения концентраций T_{nx} . Величину $h'_{эkv}$ рассчитывали по уравнению (1.5).



1 – линия равновесных концентраций; 2 – линия рабочих концентраций

Рисунок 2.14 – Определение числа теоретических ступеней изменения концентраций T_{nx} при интенсивности пульсации $I=500$ мм/мин

На рисунке 2.14 видно, что для процесса промывки при интенсивности 500 мм/мин число ступеней равно 3,3. Таким образом, из (1.5) $h'_{эkv}$ составляет:

$$h'_{эkv} = \frac{1,6}{3,3} = 0,48 \text{ м.}$$

Величину диффузионной добавки рассчитывали по уравнению:

$$h_{\partial} = \frac{E_c}{w_c} + \frac{E_d}{w_d}. \quad (2.2)$$

Коэффициенты продольного перемешивания в сплошной E_c и дисперсной E_d фазах определяли экспериментально на этой же лабораторной установке методом импульсного ввода трассера при различной интенсивности колебаний. Для сплошной фазы в качестве трассера использовали раствор хлористого натрия, который вводили в нижнюю часть колонного аппарата. Пробу отбирали из пробоотборника, расположенного на высоте 0,77 м от места ввода, и по кривым отклика определяли коэффициент продольного перемешивания на основе диффузионной модели [98, 115]. Параметр диффузионной модели – критерий Пекле (Pe) находили из уравнения [116]:

$$\sigma^2 = \frac{2}{Pe} - \frac{2}{Pe^2} + \frac{2}{Pe^2} \times e^{-Pe}. \quad (2.3)$$

Дисперсию σ^2 и среднее время пребывания в аппарате $\bar{\tau}$ рассчитывали по формулам:

$$\sigma^2 = \frac{\int_0^{\infty} (\tau - \bar{\tau})^2 cd\tau}{\int_0^{\infty} \tau^2 cd\tau}, \quad (2.4)$$

$$\bar{\tau} = \frac{\int_0^{\infty} \tau cd\tau}{\int_0^{\infty} cd\tau}. \quad (2.5)$$

Коэффициент продольного перемешивания определяли по формуле:

$$E_c = \frac{l^2}{Pe \times \tau}, \quad (2.6)$$

где l – расстояние от места ввода трассера до места отбора проб, см.

Для нахождения E_d в качестве трассера использовали частицы диоксида циркония, стабилизированного кальцием, у которого скорость свободного осаждения была близка скорости свободного осаждения исходного материала. Навеску трассера вводили вместе с исходным материалом сверху в колонный аппарат, отбор проб осуществляли в нижней части аппарата на расстоянии 0,75 м от места ввода трассера. В отобранных пробах содержание диоксида циркония определяли рентгенофлуоресцентным методом [117] на приборе АРФ-6, путем анализа спектра, образующегося при облучении пробы рентгеновским излучением. Полученные данные обрабатывали по вышеописанной методике.

Зависимость продольного перемешивания в сплошной и дисперсной фазах от эффективной скорости сплошной фазы ($w_c + 2l$) представлена на рисунке 2.15.

Из рисунка 2.15 видно, что с увеличением эффективной скорости сплошной фазы, то есть, по сути, с увеличением интенсивности пульсаций, коэффициенты E_c и E_d увеличиваются. При этом увеличивается и соотношение E_c/E_d с 3,3 до 4,3 (в исследуемом диапазоне).

Рассчитав по уравнению (2.2) величину диффузионной добавки, по разнице $h'_{экв}$ и h_d определяли величину $h_{км}$, обусловленную массопередачей. Из рисунка 2.15 видно, что при интенсивности колебаний 500 мм/мин и скоростях $w_c=0,12$ см/с и $w_d=0,04$ см/с коэффициенты продольного перемешивания $E_c=0,8$ см²/с, $E_d=0,21$ см²/с. Подставляем численные значения в уравнение (2.2) и (2.1) и рассчитываем величины h_d и $h_{км}$:

$$h_d = \frac{0,8}{0,12} + \frac{0,21}{0,04} = 11,9 \text{ см} = 0,119 \text{ м.}$$

$$h_{км} = 0,48 - 0,119 = 0,361 \text{ м.}$$

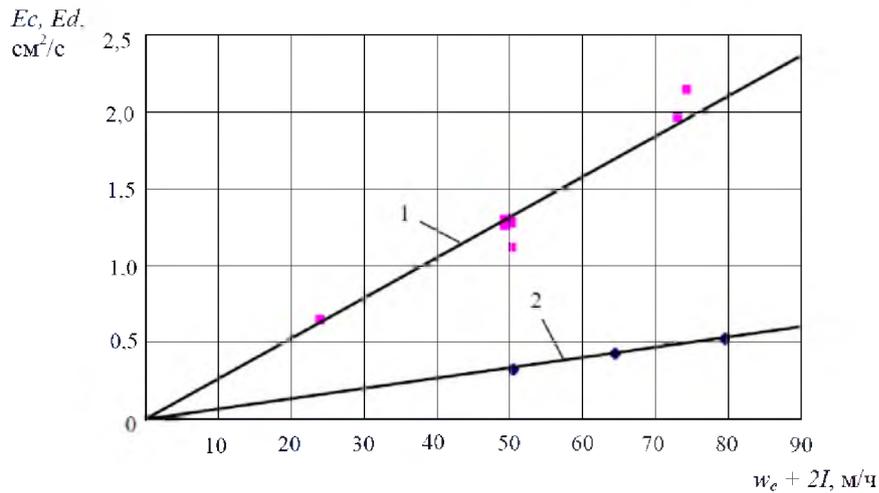
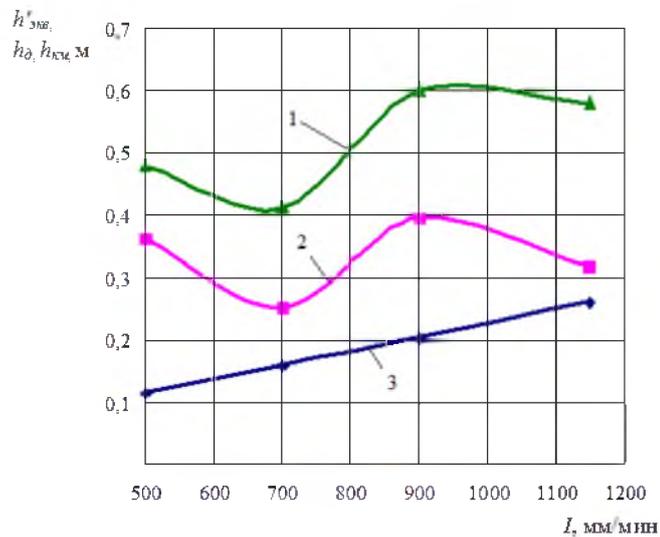


Рисунок 2.15 – Зависимость продольного перемешивания в сплошной (1) и дисперсной (2) фазах от эффективной скорости сплошной фазы

Аналогичный расчет был выполнен при интенсивности пульсаций 700, 900 и 1150 мм/мин, для которых число теоретических ступеней составило соответственно 3,9, 2,7 и 2,8. Результаты расчетов представлены в виде зависимости $h'_{э\kappa\beta}$ и составляющих ее величин h_{∂} и $h_{\kappa\mu}$ от интенсивности пульсации I на рисунке 2.16.



$$1 - h'_{э\kappa\beta}, 2 - h_{\kappa\mu}, 3 - h_{\partial}$$

Рисунок 2.16 – Зависимость $h'_{э\kappa\beta}$ и величин h_{∂} и $h_{\kappa\mu}$ от интенсивности пульсации I

Из данных рисунка 2.16 следует, что диффузионная добавка составляет значительную часть от суммарной высоты эквивалентной теоретической ступени, и подобные добавки следует учитывать при расчете высоты колонного аппарата. С повышением интенсивности пульсации возрастает величина диффузионной добавки.

На рисунке 2.17 представлена зависимость изменения эффективности промывки от интенсивности пульсаций, полученная на основании результаты анализов проб, отобранных в ходе экспериментов. Максимальное значение эффективности промывки и как следствие, минимальные значения $h'_{экс}$ и $h_{км}$ получены при интенсивности пульсации 700 мм/мин.

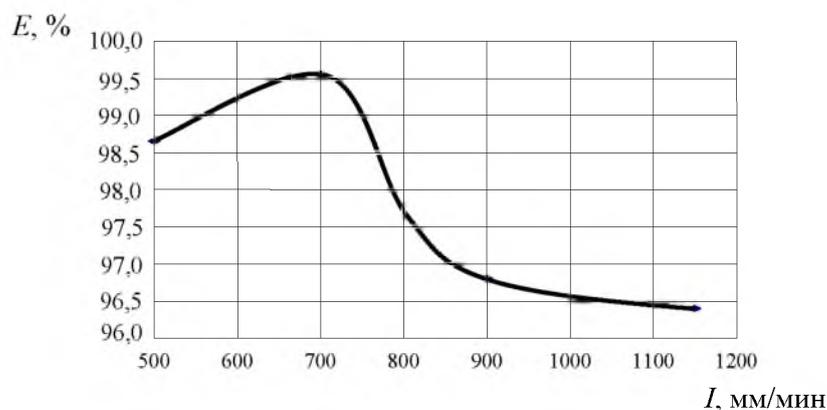


Рисунок 2.17 – Зависимость эффективности промывки от интенсивности пульсации

Полученные анализы показали, что эффективность промывки, при дальнейшем увеличении I (выше 700 мм/мин) существенно снижается.

Схожие результаты были получены и при оценке влияния интенсивности пульсаций на процесс классификации твердого материала, который проходит в колонном аппарате одновременно с отмывкой ценных растворимых веществ. На рисунке 2.18 представлена зависимость изменения содержание песков класса плюс 0,1 мм в верхнем сливе от интенсивности пульсаций I . Как видно из рисунка 2.18 минимальное содержание песков в верхнем сливе наблюдается при I в интервале значений 650-750 мм/мин.

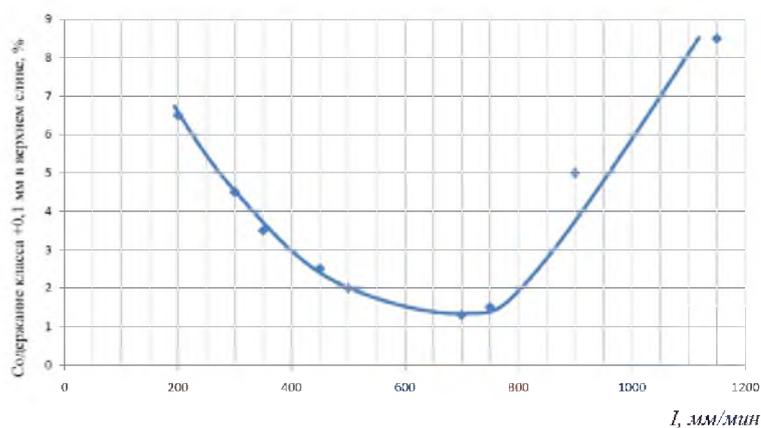


Рисунок 2.18 – Зависимость содержание частиц класса плюс 0,1 мм в верхнем сливе от интенсивности пульсаций

На основании проведенных исследований можно сделать вывод, что величина диффузионной добавки составлять от 25 до 50 % от суммарного значения высоты эквивалентной одной теоретической ступени. Поэтому эффект продольного перемешивания в сплошной и дисперсной фазах необходимо учитывать при расчете высоты промышленных аппаратов. Экспериментально определено, что наилучшие показатели процесса достигнуты при интенсивности пульсаций в интервале значений 650-750 мм/мин, которые следует принять в качестве оптимального для процесса классификации и промывки твердого материала с крупностью от минус 0,3 до плюс 0,1 мм.

2.5 Оптимизация процесса классификации твердого материала с одновременной отмывкой растворимых веществ от песков

В гидрометаллургии цветных и редких металлов, также как в других отраслях промышленности, заметное место занимает работа, направленная на достижение наилучших характеристик процесса при оптимальных условиях. Однако способы достижения поставленной цели неоднозначны, и повышение одних параметром ведет к уменьшению других.

Ранее для процесса классификации твердого материала, выделения и промывки песков в колонном аппарате задача оптимизации ставилась исключительно для конкретного показателя: либо для эффективности промывки, либо для эффективности классификации, при этом при выборе одного из параметров вторым зачастую пренебрегали.

В работе поставлена задача определить обобщенную функцию оптимизации для процесса классификации твердого материала в колонном аппарате с пульсационным перемешиванием с одновременной отмывкой ценного растворимого вещества. В разделе 2.2 показано, что при увеличении рабочих параметров процесса (скорости восходящего потока, интенсивности пульсаций, высоты плотного слоя) эффективность промывки увеличивается, а эффективность классификации, выраженная, в том числе, через содержание класса плюс 0,1 мм в верхнем сливе, уменьшается.

Эффективность промывки E и эффективность классификации E_k – это целевые функции, которые необходимо сделать максимальными при возможных рабочих параметрах процесса. В этом и состоит задача оптимизации.

Алгоритм построения функции оптимизации состоит в следующем. Обобщенная функция оптимизации D определяется [118] как:

$$D = \sqrt{d_n \times d_k}, \quad (2.7)$$

где d_n – частная функция оптимизации для эффективности промывки;

d_k – частная функция оптимизации для эффективности классификации.

Частная функция оптимизации рассчитывается по уравнению [118]:

$$d = e^{-e^{-f}}, \quad (2.8)$$

где f – функция параметра, которую можно представить как:

$$f = a + by, \quad (2.9)$$

где y – параметр оптимизации, для которого верно условие $y_{min} < y \leq y_{max}$.

Для решения поставленной задачи принимаем максимальное и минимальное значения f . В нашем случае $f_{max}=4, f_{min}=-4$. Затем подставляем имеющееся значение параметра оптимизации в уравнение (2.9) и определяем коэффициенты a и b . Например, значение эффективности классификации 90 %, для колонного аппарата является средней величиной, поэтому значение f принимаем равным 1. Значение E_k 95 % – наибольшее полученное нами значение, следовательно, для этого случая $f=4$. Таким образом, получаем систему уравнений:

$$a + 90b = 1;$$

$$a + 95b = 4.$$

Решив систему, получим уравнение функции эффективности классификации, которое имеет вид:

$$f_k = -53 + 0,6y. \quad (2.10)$$

Аналогично уравнение функции эффективности промывки приобретет вид:

$$f_n = -253,7 + 2,55y. \quad (2.11)$$

На основании экспериментальных данных находим значения целевых функций E и E_k , полученные значения подставляем в уравнения (2.11), (2.10), (2.8), (2.7) и рассчитываем обобщенную функцию оптимизации. Результаты расчетов представлены в таблице 2.4.

Таблица 2.4 – Результаты расчета обобщенной функции оптимизации

№ опыта	E	E_k	f_n	f_k	d_n	d_k	D
1	98,00	83	-3,10	-3,20	0,00	0,00	0,000
2	98,50	90	-1,83	1,00	0,69	0,00	0,000
3	99,90	95	1,75	4,00	0,98	0,84	0,825
4	99,95	91	1,87	1,60	0,82	0,86	0,701
5	99,99	87	1,97	-0,80	0,11	0,87	0,094
6	99,50	94	0,72	3,40	0,97	0,62	0,596

Зная рабочие параметры колонного аппарата для которых определены значения E и E_k , строим график зависимости D от основных параметров. Полученная зависимость представлена на рисунке 2.19.

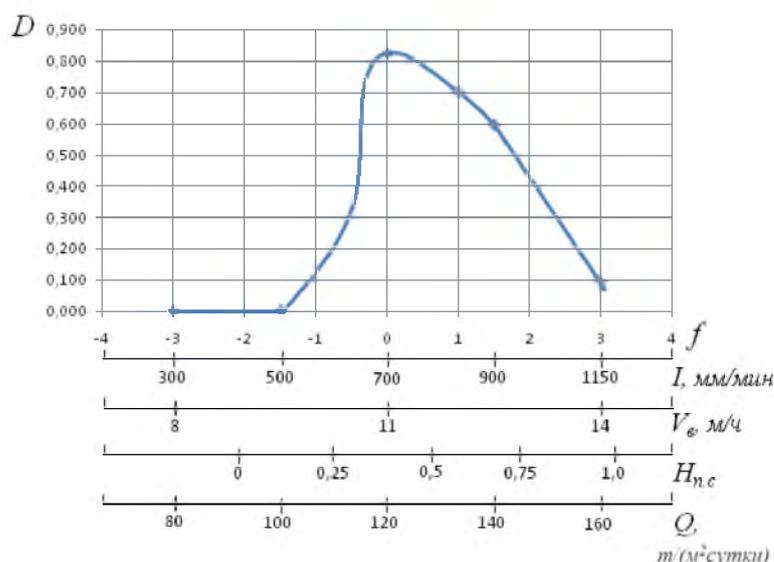


Рисунок 2.19 – Зависимость обобщенной функции оптимизации от рабочих параметров процесса

Из рисунка 2.19 видно, что обобщенная функция оптимизации достигает максимума при значениях $E=99,90\%$ и $E_k=95\%$. Эти показатели достигнуты при значении интенсивности пульсаций в интервале 650-750 мм/мин, скорости восходящего потока 11 м/ч, высоте плотного слоя $(0,3 \div 0,5)H_p$ и удельной нагрузки по твердому 120 т/(м²сутки). Такие параметры работы колонного аппарата следует принять в качестве оптимальных для процесса классификации твердого материала с одновременной отмывкой ценного растворимого вещества. Дальнейшее увеличение эффективности отмывки ведет к снижению эффективности классификации.

Стоит отметить, что определение обобщенной функции оптимизации показало существенное влияние на суммарную эффективность всего процесса величины эффективности классификации. Таким образом, в качестве приоритетного показателя для процесса классификации и промывки в колонном аппарате следует выбрать величину содержания песков класса плюс 0,1 мм в верхнем сливе, как определяющую эффективность классификации.

2.6 Определение расчетной зависимости содержания песков в сливе от величины удельной нагрузки по твердой фазе и высоты плотного слоя

Задачей процесса подготовки пульпы к сорбционной переработке в колонных аппаратах с пульсационным перемешиванием является классификация твердого материала по крупности с

одновременной отмывкой ценного растворимого вещества. Для повышения эффективности промывки песков предложено осуществлять процесс в условиях накопления и поддержания плотного слоя песков. В работе обосновано и экспериментально подтверждено, что увеличение высоты плотного слоя снижает содержание ценного растворимого вещества в нижней разгрузке, но, в то же время, негативно сказывается на процессе классификации пульпы, а именно, на увеличении содержания песков класса плюс 0,1 мм в верхнем сливе. Стоит отметить, что этот показатель является приоритетным для всего процесса и играет важную роль для технико-экономической оценки работы промышленного предприятия. Так, на основании многочисленных исследований, проведенных в АО «ВНИИХТ», было показано, что содержание песков класса плюс 0,1 мм в количестве более 5 % в пульпе, поступающей на сорбцию, ведет к истиранию ионообменных смол (потери смолы составляют 100-120 г/т твердого). При производительности промышленных гидromеталлургических предприятий до 10000 т руды в сутки и более и ориентировочной стоимости смолы 1,5 млн. руб. за тонну ежегодные расходы на ионообменные смолы составляют сотни миллионов рублей.

Ранее в диссертации отмечалось, что на содержание песков в верхнем сливе, существенное влияние оказывает также нагрузка по твердой фазе. В связи с этим представляется целесообразным установить зависимость между содержанием частиц класса плюс 0,1 мм в верхнем сливе и основными рабочими параметрами процесса: удельной нагрузкой по твердому Q и высотой плотного слоя песков. Важно получить расчетную зависимость содержания песков класса плюс 0,1 мм в верхнем сливе от вышеуказанных показателей. Для этого воспользуемся методикой [119] составления эмпирических формул с несколькими переменными.

В таблице 2.5 приведены опытные данные зависимости между содержанием песков в верхнем сливе λ и производительностью колонного аппарата Q при различных значениях высоты плотного слоя H_0 . Величина H_0 выражена в долях высоты плотного слоя от высоты рабочей зоны колонного аппарата. Результаты получены при работе колонного аппарата при ранее определенных оптимальных параметрах: $I=650\div 750$ мм/мин и $V_e=11$ м/ч. Исходная пульпа содержала 30-45 % песков класса 0,1 мм.

На рисунке 2.20 показаны графики зависимости величины H_0 от λ , построенные в логарифмических координатах при постоянных значениях Q . Из рисунка 2.20 видно, что графики представляют собой прямые линии параллельные между собой, следовательно, зависимость H_0 от λ можно представить в виде:

$$\lg H_0 = \lg a + b \lg \lambda, \quad (2.12)$$

или

$$H_0 = a\lambda^b, \quad (2.13)$$

где a и b – коэффициенты, причем b не зависит от Q , так как прямые не пересекаются.

Таблица 2.5 – Влияние удельной нагрузки по твердой фазе и высоты плотного слоя на содержание песков в верхнем сливе

H_0	$Q, \text{ т}/(\text{м}^2\text{сутки})$	$\lambda, \%$
0,25	100	2,0
	120	2,5
	150	3,2
	200	4,0
0,5	100	2,5
	120	3,5
	150	4,0
	200	5,5
0,75	100	3,3
	120	4,5
	150	5,5
	200	7,0

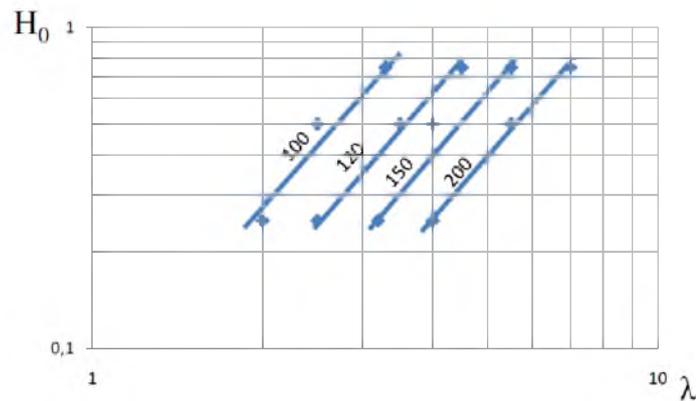


Рисунок 2.20 – Зависимость H_0 от λ при различных значениях величины Q

Подставляя известные значения в (2.12), получим систему из трех уравнений для каждой величины производительности и рассчитаем коэффициенты a и b :

$$\lg 0,25 = \lg a + b \lg 2,$$

$$\lg 0,5 = \lg a + b \lg 2,5,$$

$$\lg 0,75 = \lg a + b \lg 3,3.$$

Решение системы дает: $a=0,075$ и $b=1,926$.

Результаты вычисления коэффициентов a и b для каждого значения Q представлены в таблице 2.

Таблица 2.6 – Результаты расчета коэффициентов a и b для значений Q

$Q, \text{ т}/(\text{м}^2\text{сутки})$	a	b
100	0,075	1,926
120	0,051	1,790
150	0,038	1,751
200	0,019	1,876

Из таблицы 2.6 следует, что среднее значение b составит 1,84. Очевидно, что построение графика зависимости Q от a в логарифмических координатах также дает прямую линию, поэтому можно принять:

$$\lg a = \lg m + n \lg Q, \quad (2.14)$$

Аналогично предыдущему расчету находим коэффициенты m и n , которые составили 302 и -1,81, соответственно. Таким образом:

$$a = 302Q^{-1,81}.$$

Подставляем полученное для a выражение в (2.13), получаем:

$$H_0 = 302Q^{-1,81} \lambda^{1,84}.$$

Преобразуя уравнение (2.13) относительно λ , получаем:

$$\lambda = 0,045Q^{0,98} H_0^{0,54}. \quad (2.15)$$

Расхождение величин λ , вычисленных по формуле (2.15) и определенных экспериментально, для большинства опытов не превышало 3-5 %.

Пример расчета № 1. Примем случай с возможными наихудшими показателями содержания песков класса плюс 0,1 мм в верхнем сливе для производительности 200 т/(м²сутки) и величины плотного слоя 0,75 от высоты рабочей зоны колонного аппарата. Подставляем принятые значения Q и H_0 в уравнение (2.15):

$$\lambda = 0,045 \times 200^{0,98} \times 0,75^{0,54} = 6,9 \text{ \%}.$$

Из примера следует, что расчетная величина λ составила 6,9 %, полученная экспериментальным путем величина λ , при тех же рабочих параметрах, составила 7,0 %.

Пример расчета № 2. Случай с возможными наилучшими показателями песков класса плюс 0,1 мм в верхнем сливе при производительности 100 т/(м²сутки) и величине плотного слоя 0,25. Подставляем принятые значения в уравнение (2.15):

$$\lambda = 0,045 \times 100^{0,98} \times 0,25^{0,54} = 1,9 \text{ \%}.$$

Экспериментальная величина λ составила 2,0 %.

Таким образом, используя уравнение (2.15), можно оценить количество песков класса плюс 0,1 мм в верхнем сливе и выбрать параметры удельной нагрузки по твердой фазе и высоты плотного слоя песков, необходимые для эффективного проведения процесса классификации пульпы в колонном аппарате с пульсационным перемешиванием.

Выводы по главе 2

1 Представлены описания лабораторной установки, методик проведения экспериментов и анализов, дана характеристика исходного материала.

2 Дано научное обоснование применению процесса разделения в пульсационных колоннах для решения задачи гидравлической классификации продуктов выщелачивания с одновременной отмывкой содержащихся в них ценных растворимых веществ.

3 Исследовано влияние основных параметров работы аппарата на эффективность процесса. Установлено, что увеличение удельной нагрузки по твердому ведет к снижению эффективности промывки и увеличению содержания песков в верхнем сливе. Для повышения эффективности процесса в этих условиях необходимо увеличивать удельный расход и скорость подачи промывного раствора – это способствует увеличению эффективности промывки, но ведет к чрезмерному разбавлению верхнего слива, к снижению эффективности классификации и к дополнительным затратам на последующей операции сорбции.

4 Наилучших результатов по отмывке ценных растворимых веществ удалось достигнуть при работе колонного аппарата в режиме накопления и поддержания плотного слоя песков. С увеличением высоты плотного слоя эффективность отмывки увеличивается, но при этом снижается эффективность классификации.

5 На основании лабораторных исследований построена кривая разделения Тромпа, которая продемонстрировала, что классификация в колонном аппарате проходит по граничному зерну 0,08 м с минимальным вероятным отклонением, что свидетельствует об эффективности аппарата в качестве классификатора. Среднее значение эффективности классификации составило 94 %.

6 Величина диффузионной добавки, определяемая продольным перемешиванием фаз в колонном аппарате, составляет до 50 % от суммарной величины высоты эквивалентной одно теоретической ступени разделения. С увеличением интенсивности пульсаций величина диффузионной добавки увеличивается.

7 Установлено, что наивысший показатель эффективности процесса, соответствующий наименьшему количеству песков в сливе и ценных растворимых веществ в нижнем продукте классификации, достигается при работе аппарата с заданной высотой плотного слоя песков и поддержании интенсивности пульсаций в интервале значений 650-750 мм/мин.

8 Предложен и обоснован новый критерий разделительных процессов – обобщенная функция оптимизации процесса гидравлической классификации с одновременной отмывкой ценных растворимых веществ, позволяющая производить обоснованный выбор и оптимизацию технологических параметров.

9 Установлена зависимость содержания частиц класса плюс 0,1 мм в сливе от основных параметров процесса, что позволило вывести эмпирическое уравнение для прогнозирования оптимальных условий гидравлической классификации пульп с одновременной отмывкой ценных растворимых веществ.

Глава 3 Разработка и исследования новых приемов организации процессов классификации твердого материала, выделения и промывки песков

3.1 Новый способ регулирования процесса при накоплении и поддержании плотного слоя песков

Рекомендации широкого использования колонных аппаратов с пульсационным перемешиванием для классификации твердого материала, выделения и промывки песков в технологических схемах гидрометаллургической переработки рудных измельченных материалов, содержащих ценные радиоактивные, редкоземельные, цветные и редкие металлы требуют создания надежного способа автоматического регулирования работы аппарата для достижения высоких результатов. На основании исследований нами предложен способ контроля и регулирования процесса [120], отличающийся от существующих вариантов простотой и надежностью.

Известен способ регулирования процесса гидравлической классификации пульпы [121], в котором с целью точности регулирования измеряют содержание крупных и мелких фракций в зоне классификации и в зависимости от найденной величины совместно регулируют подачу дополнительной воды и скорость восходящего потока жидкости в камере классификации.

Недостатком этого способа является то, что он предназначен лишь для регулирования процесса классификации и не может быть использован для управления процессом отмывки растворимых веществ от песков и других крупнозернистых материалов.

Наиболее близким по своей технической сущности и достигаемому эффекту к предлагаемому нами является способ регулирования процесса гидравлической классификации [122] в вертикальном потоке с пульсационным перемешиванием, в котором одновременно осуществляется управление процессами классификации твердого материала на пески и шламы и отмывки растворимого вещества от песков.

Недостаток известного [122] способа состоит в том, что он характеризуется значительной сложностью, поскольку требует установки датчиков – системы электродов – по всей высоте рабочей зоны вертикального потока с интервалом 1 м, использования, как правило, дорогостоящего автоматического прибора для измерения во влаге промытых песков концентрации растворимого вещества в малых количествах (до 0,0005-0,001 г/дм³), что не всегда осуществимо на практике. Способ также требует применения экстремального регулятора – электронно-вычислительной машины. Недостаток этого способа заключается еще и в том, что вследствие малой эффективности процесса классификации до 3-5 % песков класса плюс

0,15 мм, или 8-10 % песков класса плюс 0,1 мм, выходят в верхний слив и далее поступают на сорбцию. При контактировании смолы с пульпой, содержащей такое количество песков, происходит истирание и механическое разрушение смолы, потери которой иногда возрастают до 150 г/т твердого. При производительности современных предприятий до 4-5 тысяч тонн в сутки и высокой стоимости смолы убытки за счет ее потерь становятся недопустимыми.

Для повышения эффективности работы колонного аппарата с пульсационным перемешиванием и достижения более высоких показателей был предложен способ, где в рабочей зоне аппарата накапливался плотный слой песков, который служит «затвором» для попадания мелкодисперсного материала в нижнюю разгрузку колонны. Этот прием позволяет достигнуть эффективности отмывки 99,99 % и эффективности классификации 95,0 % и более.

Это решается тем, что оптимальную высоту плотного слоя песков регулируют и устанавливают путем изменения величины давления сжатого воздуха, обеспечивающего пульсации, а скорость промывного раствора в объеме плотного слоя, незанятого песками, принимают выше скорости стесненного осаждения наиболее крупных шламов, по граничному зерну которых ведут классификацию. Задача решается и тем, что датчики верхнего и нижнего уровней плотного слоя размещают стационарно в зоне пульсации на границе раздела фаз (сжатый воздух)-(жидкость), а также и тем, что разгрузку промытых песков ведут периодически при непрерывной подаче полидисперсного осадка и промывного раствора.

Предлагаемое техническое решение [120] позволяет реализовать новый метод организации контроля и регулирования всего процесса, который заключается в следующем. При поступлении в процесс исходного твердого материала и увеличении количества твердого в цилиндрической обечайке аппарата установленного давления сжатого воздуха в пульсационной камере, как следует из полученных нами экспериментальных данных, становится недостаточно для поддержания границы раздела фаз на одном уровне, и граница раздела фаз в пульсационной камере начинает перемещаться вверх. При разгрузке части промытых песков из колонного аппарата масса твердого в аппарате уменьшается, и граница раздела фаз под действием давления сжатого воздуха начинает перемещаться вниз. Отсюда возникает мысль о возможности регулирования высоты плотного слоя песков в нижней части колонного аппарата путем изменения давления сжатого воздуха в пульсационной камере. При настройке аппарата перед длительной работой можно накопить некоторое количество песков в нижней цилиндрической части в виде слоя определенной высоты и проанализировать содержание растворенного вещества во влаге промытого осадка при отборе пробы вручную. В случае недостаточной эффективности отмывки растворенного вещества следует увеличить давление сжатого воздуха на относительно небольшую величину, например, на 25 кПа. При таком увеличении давления граница колебаний в пульсационной камере опустится вниз. По мере

поступления песков с исходной пульпой и увеличения высоты слоя граница колебаний в пульсационной камере начнет вновь подниматься и достигнет своего прежнего уровня. После непродолжительной работы колонны в этом режиме, отборе проб при новой высоте слоя и получения, например, неудовлетворительного анализа давление сжатого воздуха можно снова увеличить. Наконец при подобранной величине давления сжатого воздуха, которой соответствует вполне определенная высота слоя плотных песков в цилиндрической обечайке, будет получена необходимая величина минимальной концентрации растворенного вещества. Этой подобранной величине давления сжатого воздуха соответствует вполне определенная высота плотного слоя песков, при которой достигаются необходимые показатели отмывки растворимых веществ. Установив на границе раздела фаз (сжатый воздух)-(жидкость) снаружи пульсационной камеры стационарно датчики уровня, можно будет регулировать величину набранного слоя песков в вертикальном потоке и эффективность отмывки растворимого вещества.

Следует отметить, что в зависимости от гранулометрического состава полидисперсного осадка накапливаемые в нижней части вертикального потока пески могут и не образовывать четкой границы раздела фаз. Например, при относительно небольшом содержании в исходном осадке классов от минус 0,3 до плюс 0,16 мм, от минус 0,16 до плюс 0,1 мм и отсутствии крупных классов от минус 0,5 до плюс 0,3 мм, накапливаемые в нижней части потока пески при наложении на поток возвратно-поступательных пульсаций вообще не образуют четкой границы раздела фаз. Для этого случая возможность регулирования процесса отмывки по границе раздела фаз между песками и шламами внутри аппарата отпадает, и предлагаемое решение о регулировании процесса по границе раздела фаз в пульсационной камере между сжатым воздухом и жидкостью является единственно возможным и удобным решением.

Реализацией разработанного способа является предложение об установке датчиков в пульсационной камере в зоне пульсации на границе раздела фаз (сжатый воздух)-(жидкость). К таким датчикам для фаз газ-жидкость может быть отнесена, например, бесконтактная ультразвуковая система измерения уровня Milltronics фирмы Siemens [123]. Для надежной работы предлагается использовать два датчика уровня, которые стационарно установлены снаружи пульсационной камеры в ее средней части. Верхний датчик подает команду на полное открытие клапана, установленного на линии разгрузки промытых песков. При понижении границы колебаний в пульсационной камере до нижнего датчика происходит закрытие клапана и прекращение разгрузки. При такой периодической разгрузке имеет место полное открытие клапана, что исключает забивку его выходного отверстия песками.

На рисунке 3.1 представлено устройство, поясняющее предложенный способ регулирования процесса классификации полидисперсного твердого материала на пески и

шламы и отмывки растворимых веществ от песков в вертикальном потоке с пульсационным перемешиванием. Аппарат имеет цилиндрическую обечайку 1, секционированную контактными массообменными тарелками 2, верхнюю отстойную камеру 3, нижнюю отстойную камеру 4 и пульсационную камеру 5. В средней части снаружи пульсационной камеры 5 установлены ультразвуковые датчики верхнего 6 и нижнего 7 уровней, которые через вторичный прибор 8 связаны с клапаном 9. Пульсация в рабочей части колонного аппарата осуществляется от пульсатора 10, сжатый воздух в который поступает из ресивера 11. Давление сжатого воздуха в ресивере регулируется вентилем 12 и измеряется манометром 13. В верхней отстойной камере 3 аппарата установлен плотномер пульпы 14, который через вторичный прибор 15 воздействует на клапан 16 для регулировки расхода промывного раствора.

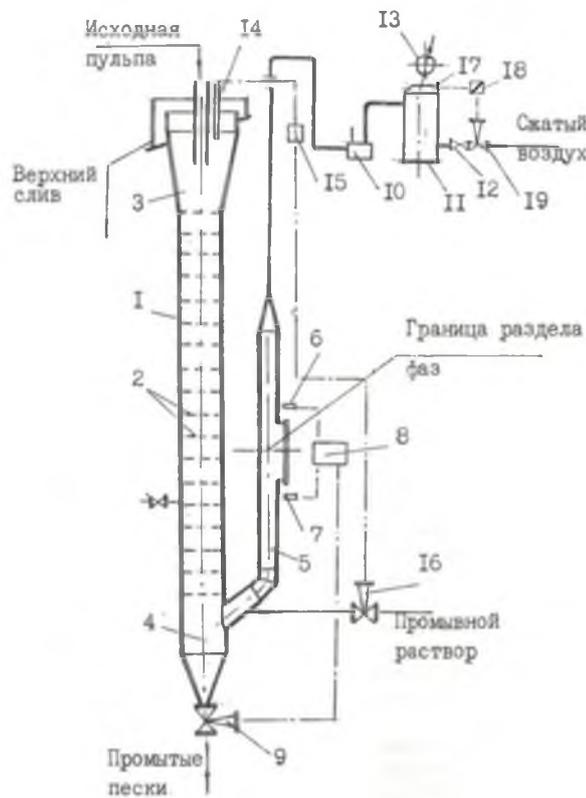


Рисунок 3.1 – Колонный аппарат с пульсационным перемешиванием и с системой автоматического регулирования процесса

Процесс классификации полидисперсного осадка на пески и шламы и отмывки растворимых веществ от песков проводят в следующем порядке.

В нижнюю часть пульсационной камеры 5 подается промывной раствор. От пульсатора 10 через пульсопровод и пульсационную камеру в цилиндрическую обечайку 1, секционированную тарелками 2 и заполненную промывным раствором, подаются возвратно-поступательные колебания. Перед началом подачи в аппарат пульпы вентилем 12 вручную в

ресивере 11 устанавливают давление, которое уравнивает давление массы жидкости, находящейся в цилиндрической части аппарата. Границу колебаний, которую наблюдают через смотровое стекло, устанавливают вручную в средней части пульсационной камеры между верхним 6 и нижним 7 датчиками уровней регулировкой давления вентилем 12 в ресивере 11. Исходная пульпа, полученная после процесса выщелачивания, поступает в питательный стакан верхней отстойной камеры 3. В камере 3 происходит смешивание промывного раствора и исходной пульпы, содержащей исходный полидисперсный осадок и ценный компонент в растворе. В слив верхней отстойной камеры выходит пульпа, содержащая промывной раствор и тонкие шламы. Пески и наиболее крупные шламы осаждаются вниз из верхней отстойной камеры в рабочую цилиндрическую обечайку 1, в которой происходит принудительное перемешивание осаждающихся твердых частиц и восходящего потока промывной жидкости. Крупнодисперсные осаждающиеся частицы сначала заполняют нижнюю отстойную камеру 4, а затем начинают заполнять нижнюю часть цилиндрической обечайки 1 аппарата. При заполнении нижней отстойной камеры 4 и нижней части обечайки 1 твердая фаза из аппарата не выводится, а накапливается в цилиндрической части аппарата. По мере заполнения аппарата твердым материалом граница колебаний в пульсационной камере поднимается вверх и достигает уровня верхнего датчика 6, который через вторичный прибор 8 подает команду на открытие клапана 9 для разгрузки промытого осадка. В результате разгрузки осадка граница раздела фаз в пульсационной камере опускается до уровня установки нижнего датчика 7, который подает команду через вторичный прибор 8 на закрытие клапана 9.

В период накапливания небольшой массы песков в нижней части цилиндрической обечайки 1 и образования плотного слоя отбирается проба пульпы и определяется содержание растворимого компонента, который отмывается от песков. В случае недостаточной отмывки растворимого вещества производится дальнейшее накапливание песков в нижней секционированной части аппарата путем повышения давления в ресивере и повторное определение содержания растворимого компонента. При достижении необходимой эффективности отмывки вследствие накапливания в нижней части аппарата достаточного количества песков и образования слоя нужной высоты в ресивере 11 вентилем 12 фиксируют давление, при котором были получены эти высокие показатели, и далее проводят процесс классификации и отмывки при этом подобранном давлении. Для этого переводят процесс в автоматический режим, в котором установленное давление поддерживается в ресивере путем использования датчика давления 17, который через вторичный прибор 18 управляет работой клапана 19. Регулировку плотности пульпы верхнего слива осуществляют путем воздействия датчика плотности 14 через вторичный прибор 15 на клапан 16 подачи промывного раствора. В аппарате при непрерывной подаче исходного полидисперсного осадка и промывного раствора

осуществляется периодическая разгрузка пульпы песков, в жидкой фазе которой содержится ценный растворимый компонент с минимальной концентрацией.

Таким образом, предложенный способ регулирования процесса классификации твердого материала, выделения и промывки песков в колонном аппарате с пульсационным перемешиванием, является надежным и простым методом осуществления данных операций, позволяющий вести работу с высокой эффективностью.

3.2 Влияние скорости восходящего потока промывного раствора на эффективность процессов классификации и промывки

На технические показатели процесса отмывки растворимых веществ и результаты классификации кроме накопления плотного слоя песков в нижней части вертикального потока будет оказывать влияние и величина скорости промывного раствора в объеме слоя, занятого песками. При относительно невысокой скорости промывного раствора, меньшей, чем скорость стесненного осаждения шламов, наблюдается проскок шламов через слой накопленных песков в нижнюю разгрузку. Вследствие этого существенно снижаются результаты эффективности отмывки растворимых веществ.

Влияние скорости промывного раствора в свободном пространстве накопленного слоя песков можно объяснить следующим образом. В накопленном слое песков подвижное, взвешенное состояние твердых частиц создается не только восходящим потоком промывного раствора, но, главным образом, в результате пульсационного воздействия, которое осуществляется с определенными частотой f (мин^{-1}) и амплитудой колебаний A (мм) и характеризуется произведением этих величин – интенсивностью колебаний I (мм/мин):

$$I=f \times A. \quad (3.1)$$

Обычно интенсивность колебаний устанавливается опытным путем для достижения высоких технологических показателей. В результате воздействий пульсации и скорости промывного раствора слой песков приобретает определенную структуру, которая характеризуется величиной порозности m – доля свободного пространства между частицами (отношение объема пустот в слое к общему объему слоя), и объемной концентрацией c – доля слоя, занятая частицами. Зависимость между этими величинами определяется уравнением:

$$m=1-c \quad (3.2)$$

Очевидно, что чем больше величина m , тем более расширенным является накопленный слой. Величины m и c определяются опытным путем – отбором проб из слоя через патрубки,

предусмотренные в цилиндрической части аппарата. Истинная скорость $V_{ист}$ (м/ч) промывного раствора в пространстве слоя, незанятого песками, определяется уравнением:

$$V_{ист} = \frac{V_6}{m}, \quad (3.3)$$

где V_6 – скорость промывного восходящего раствора, м/ч.

С другой стороны твердые частицы осаждаются с определенной скоростью, которая зависит не только от плотности частиц, их размеров, но и от объемной концентрации. Для того чтобы шламы не попадали в нижнюю разгрузку и выносились из слоя песков в верхний слив, необходимо, чтобы $V_{ист}$ промывного раствора превышала скорость стесненного осаждения $V_{см}$ наиболее крупных шламов, по граничному зерну которых ведется классификация. Известна [124] зависимость между скоростью свободного осаждения частиц $V_{св}$ и скоростью стесненного осаждения $V_{см}$:

$$\frac{V_{см}}{V_{св}} = m^\delta, \quad (3.4)$$

где δ – коэффициент, по данным [109, 125] в среднем равный 3.

Скорость свободного осаждения твердых частиц (шламов) определяется из уравнений [126]:

$$V_{св} = \frac{Re \cdot \nu}{d_u} \quad (3.5)$$

$$Re = \frac{Ar}{18 + 0,61\sqrt{Ar}}, \quad (3.6)$$

$$Ar = \frac{d_u^3 \cdot g}{\nu^2} \cdot \rho_c, \quad (3.7)$$

$$\rho_c = \frac{\rho_u - \rho_6}{\rho_6}, \quad (3.8)$$

где Ar – критерий Архимеда;

d_u – диаметр шламов с размером частиц $0,074 \cdot 10^{-3}$ м;

ρ_u – плотность частиц твердой фазы, равная 2700 кг/м^3 ;

ρ_6 – плотность жидкой фазы (воды) при $T=80 \text{ }^\circ\text{C}$, $\rho_6=971,8 \text{ кг/м}^3$;

ρ_c – относительная плотность среды в аппарате;

ν – кинематический коэффициент вязкости, при $T=80 \text{ }^\circ\text{C}$ $\nu=0,365 \cdot 10^{-6}$, $\text{м}^2/\text{с}$.

Re – критерий Рейнольдса.

Подставляем известные значения в уравнения (3.5), (3.6), (3.7) и (3.8):

$$\rho_c = \frac{2700 - 971,8}{971,8} = 1,78;$$

$$Ar = \frac{(0,074 \cdot 10^{-3})^3 \cdot 9,81}{(0,365 \cdot 10^{-6})^2} \cdot 1,78 = 53,8;$$

$$Re = \frac{51,3}{18 + 0,61\sqrt{51,3}} = 2,39;$$

$$V_{ce} = \frac{2,39 \cdot 0,365 \cdot 10^{-6}}{0,074 \cdot 10^{-3}} = 0,0118 \text{ м/с} = 42,5 \text{ м/ч.}$$

Из работающего колонного аппарата с пульсационным перемешиванием при интенсивности колебаний 450 мм/мин и $V_{\theta} = 11$ м/ч отбирали пробу для определения m , которая составила 0,57 и $c = 0,43$, отсюда $V_{уст}$, рассчитанное по (3.3) составила 19,3 м/ч. По формуле (3.4), зная $V_{ce} = 42,5$ м/ч, определяем $V_{cm} = 7,87$ м/ч. При таком режиме работы колонного аппарата, когда истинная скорость промывного раствора в слое больше скорости стесненного осаждения шламов класса 0,074 мм, по граничному зерну которых ведется классификация, основная масса шламов относительно легко выносятся в верхний слив.

В практике встречались случаи, когда в результате принятого режима пульсации величина свободного пространства между песками в слое m составляла 0,783, а скорость промывного раствора $V_{\theta} = 7,0$ м/ч. В этом случае $V_{уст} = 8,94$ м/ч и $V_{cm} = 6,96$ м/ч. Для такого возможного варианта работы аппарата видно, что скорость стесненного осаждения шламов очень близка к истинной скорости промывного раствора в слое. При таких почти одинаковых скоростях V_{cm} и $V_{уст}$ шламы в относительно большом количестве попадают в промытые пески и существенно ухудшают показатели процесса отмывки.

Для подтверждения влияния плотного слоя песков на истинную скорость отбирали пробы по высоте колонного аппарата, работающего в таком режиме. В качестве примера рассмотрим расчет истинной скорости восходящего потока для одного из опытов в зоне свободного осаждения и в зоне накопленного слоя песков.

Начальные условия проведения эксперимента:

- расход промывной воды – 270 см³/мин;
- расход пульпы – 200-250 см³/мин;
- амплитуда колебаний – 75 мм;
- частота колебаний – 32 мин⁻¹;
- время работы – 50 мин.

Аппарат работал в режиме накопления и поддержания на одном уровне плотного слоя песков с периодической разгрузкой. Через 40 минут стабильной работы осуществляли отбор

проб, в том числе и из пробоотборников, расположенных по высоте колонного аппарата. Было отобрано семь проб в стеклянные прозрачные стаканчики объемом 100 см³. После отстаивания, когда граница раздела фаз (твердый материал)-(осветленный раствор) стала ярко выражена, измеряли высоту плотного слоя твердого материала (H_1) и общую высоту столба отстоявшейся пульпы (H_2). Затем рассчитывали массовую долю раствора (m_1) в отобранной пробе по формуле:

$$m_1 = 1 - \frac{H_1}{H_2} \quad (3.9)$$

Принимая допущение, что в плотном слое влажных песков свободная жидкость в пространстве между частицами составляет 37 % [125], определяли массовую долю свободной жидкости в пространстве между частицами (m_2) для каждой конкретной пробы по формуле:

$$m_2 = 0,37 \frac{H_1}{H_2} \quad (3.10)$$

После чего определяем суммарную массовую долю влаги – порозность (m):

$$m = m_1 + m_2 \quad (3.11)$$

Используя m , рассчитываем истинную скорость восходящего потока, которая возникает в пространстве слоя незанятого песками, по формуле (3.3). Величину V_6 – скорость восходящего потока, рассчитываем по формуле:

$$V_6 = \frac{V \cdot 60}{100 \cdot S}, \quad (3.12)$$

где V – расход промывной воды, см³/мин;

S – площадь поперечного сечения колонного аппарата, см².

При расходе промывной воды 270 см³/мин и площади поперечного сечения колонны диаметром 50 мм равной 19,6 см², скорость восходящего потока V_6 составляет 8,27 м/ч. В таблице 3.1 приведены результаты обработки проб и расчета истинной скорости.

Таблица 3.1 – Результаты анализа проб по высоте колонного аппарата и расчета истинной скорости восходящего потока

Номер пробоотборника	H_1 , мм	H_2 , мм	m_1	m_2	m	$V_{ист}$, м/ч
1	19	45	0,578	0,156	0,734	11,27
2	17	40	0,575	0,157	0,732	11,30
3	17	42	0,595	0,150	0,745	11,10
4	20	40	0,500	0,185	0,683	12,10
5	23	40	0,425	0,213	0,638	12,96
6	30	45	0,333	0,247	0,580	14,26
7	26	40	0,325	0,250	0,575	14,38

Из таблицы 3.1 видно, что при наличии твердого материала скорость восходящего потока в межпоровом пространстве увеличивается с 8,27 до 11,27-14,38 м/ч. При этом в верхней части колонны (пробоотборники 1-2), скорость составляет 11,27 м/ч. В месте расположения пробоотборника 4 и ниже (пробоотборники 5-7) начинается участок колонного аппарата, заполненный плотным слоем песков, где наблюдаются самая высокая концентрация твердого материала и, как следствие, самая высокая величина $V_{уст}$ равная 12,10-14,38 м/ч.

На основании полученных результатов можно сделать вывод, что в свободном пространстве накопленного плотного слоя песков скорость восходящего потока возрастает с 11,27 м/ч до 14,38 м/ч. Это приводит к усилению эффекта выноса шламов в верхнюю отстойную камеру и повышению эффективности промывки песков.

Из вышесказанного следует, что на эффективность процессов классификации твердого материала и отмывки растворимых веществ от песков существенное влияние оказывает не столько плотный слой, накапливаемый в рабочей зоне колонного аппарата, сколько скорость подачи промывного раствора, которая существенно возрастает в свободном пространстве накопленных песков. При существенном превышении $V_{уст}$, которая напрямую зависит от скорости подачи промывного раствора, над скоростью стесненного осаждения шламов, удастся повысить эффективность отмывки растворимых веществ и классификации твердого материала.

Предложенный способ регулирования процесса выделения и промывки песков за счет контролирования скорости восходящего потока, наряду с накапливанием в нижней части потока и поддерживанием в течение всего процесса плотного слоя песков, оптимальную высоту которого регулируют и устанавливают путем изменения величины давления сжатого воздуха, является новым, надежным и достаточно простым приемом регулирования и контроля процесса.

Выводы по главе 3

1 Обнаружена и экспериментально доказана взаимосвязь между высотой плотного слоя песков в рабочей зоне аппарата и границей колебаний в пульсационной камере, на основании чего предложен новый способ автоматического управления и контроля процесса классификации и промывки в колонном аппарате, работающем в режиме накопления и поддержания плотного слоя песков.

2 Подтверждено, что наличие плотного слоя песков ведет к увеличению скорости восходящего потока в межпоровом пространстве на 40-70 %. На основании этого предложено регулировать процесс классификации и промывки, контролируя скорость восходящего потока.

Глава 4 Результаты полупромышленных испытаний

4.1 Полупромышленные исследования процессов классификации, выделения и промывки песков на ОХТЗ АО «ВНИИХТ»

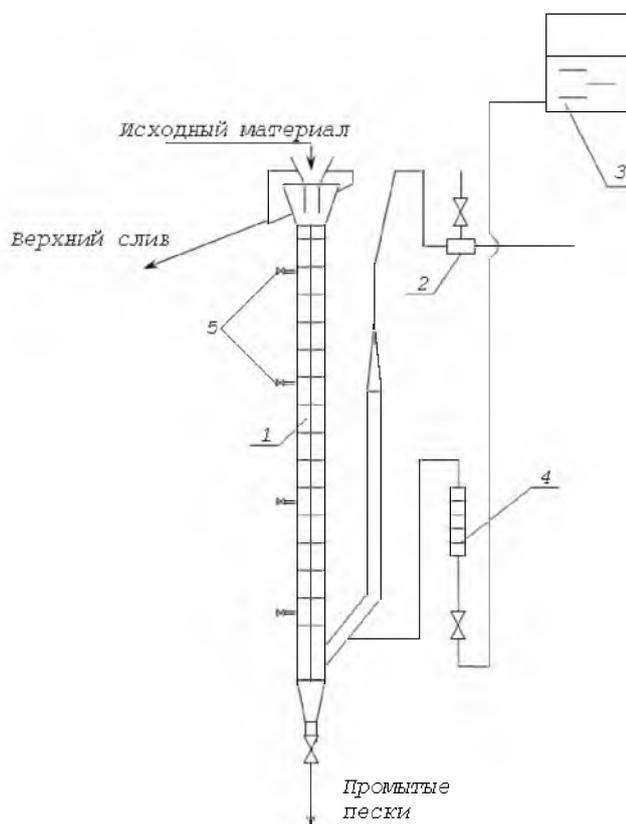
В связи с проектированием и возможным строительством крупного промышленного предприятия для переработки урановых руд Эльконского месторождения по песковой схеме с измельчением руды до крупности минус 0,3 мм специалистами АО «ВНИИХТ» за многолетний период исследований было предложено пять альтернативных технологических схем, некоторые из которых проверялись в полупромышленном масштабе.

В 2009-2010 гг. на Опытном Химико-Технологическом Заводе (ОХТЗ) АО «ВНИИХТ» (г. Москва) были проведены полупромышленные испытания технологической схемы переработки руды Эльконского месторождения с высоким содержанием урана, включающей процессы рудоподготовки, автоклавного выщелачивания и сорбции из пульп [127]. Для подготовки пульпы к процессу сорбции использовали колонный аппарат с пульсационным перемешиванием.

В соответствии со схемой исходная руда загружалась в мельницу на измельчение до крупности 0,3 мм, далее полученная измельченная руда подавалась в радиальный сгуститель совместно с флокулянтom. Сгущенная пульпа загружалась в автоклав и после выщелачивания направлялась в колонный аппарат с пульсационным перемешиванием, в котором при определенных расходе промывной воды и интенсивности колебаний осуществлялся процесс классификации твердого материала и отмывки урана от песков. Нижний слив колонного аппарата (промытые пески) направлялся на извлечение золота флотационными методами, а верхний слив поступал на сорбционную переработку.

Процесс классификации твердого материала на пески и шламы и отмывки урана от песков проводился в колонном аппарате с пульсационным перемешиванием диаметром 200 мм и высотой 5,4 м [128]. Схема установки представлена на рисунке 4.1.

Цель работы заключалась в том, чтобы за одну стадию (в одном аппарате) при высокой производительности получить пригодную для сорбции шламовую пульпу с минимальным содержанием песков класса плюс 0,1 мм, а также промытые пески с незначительным количеством шламов (частиц класса минус 0,074 мм).



- 1 – корпус аппарата; 2 – пульсатор; 3 – напорная емкость для воды;
4 – ротаметр; 5 – пробоотборники

Рисунок 4.1 – Колонный аппарат с пульсационным перемешиванием (схема)

В прежние годы промывка песков в колонных аппаратах проводилась подкисленным раствором с $\text{pH}=1,5$, в результате чего влага промытых песков характеризовалась таким же значением pH . Это осуществлялось для того, чтобы предотвратить адсорбцию урана на поверхности песков. В настоящих испытаниях была поставлена задача отработки процесса с использованием в качестве промывного раствора воды для получения промытых песков, жидкая фаза которых должна характеризоваться величиной $\text{pH}=6-6,5$. Только с такой характеристикой влаги промытые пески могут быть направлены на флотацию в целях дальнейшего извлечения из них золота.

В результате процесса автоклавного выщелачивания была наработана пульпа общим объемом $5,5 \text{ м}^3$, которая была размещена в трех реакторах. Для получения характеристик пульпы из каждого реактора была отобрана усредненная проба для определения плотности пульпы, содержания твердого и плотности жидкой фазы. Результаты представлены в таблице 4.1.

Таблица 4.1 – Характеристика исходных пульп, полученных после операции автоклавного выщелачивания

Реактор №	Плотность пульпы, кг/м ³	Содержание твердого, г/дм ³	Соотношение Ж : Т	Плотность жидкой фазы, кг/м ³
1	1563	815	0,92 : 1	1070
2	1600	891	0,79 : 1	1090
3	1576	866	0,82 : 1	1070

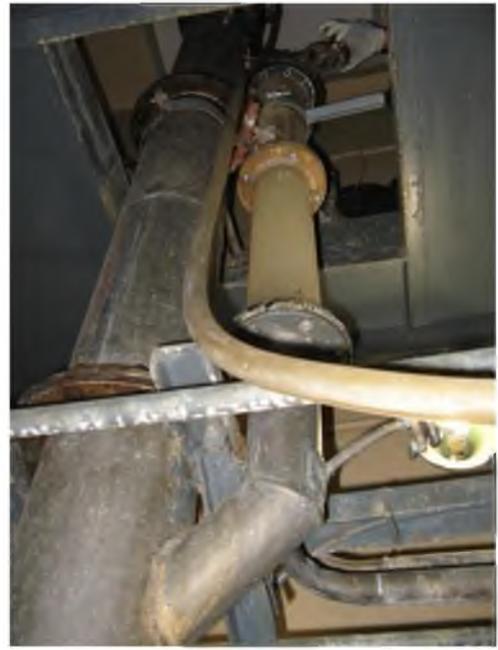
В колонный аппарат, изображенный на рисунке 4.2, рабочая цилиндрическая зона которого высотой 4,5 м была снабжена массообменными тарелками, выполненными в соответствии с [94], снизу подавалась промывная вода до его полного заполнения, после чего через пульсационную камеру с помощью компрессора и пульсатора в аппарате генерировались возвратно-поступательные колебания при частоте 17 мин⁻¹ и амплитуде 30 мм. Сверху с помощью диафрагменного насоса подавалась исходная пульпа. Всего на установке было проведено пять опытов, в ходе которых был переработан полный объем имеющейся пульпы.

При относительно постоянном расходе пульпы процесс регулировали изменением расхода промывной воды в зависимости от содержания песков класса плюс 0,1 мм в верхнем сливе колонного аппарата. Для этого через каждые 10-15 мин отбирали 1 дм³ пульпы верхнего слива, измеряли плотность, выливали его на сито 0,1 мм (150 меш), промывали пески под струей воды, после чего взвешивали сито с промытыми песками и определяли ориентировочное содержание песков класса плюс 0,1 мм в верхнем сливе. При отсутствии на сите песков снижали расход промывной воды, подаваемой в колонну. При содержании песков более 1 % от количества твердого в сливе расход промывной воды увеличивали. Во всех пяти опытах после пуска установки в работу осаждающиеся пески не разгружали из аппарата, а накапливали в отстойной камере и нижней секционированной части аппарата в пределах 2 м от места врезки пульсационной камеры. При достижении накапливающимися песками указанной отметки начинали разгружать промытые пески из колонны и поддерживали границу плотных песков на одном уровне в течение всего процесса.

Результаты испытаний представлены в таблице 4.2. Из данных таблицы 4.2 следует, что в опытах при средних показателях плотности исходной пульпы 1583 кг/м³ (Ж : Т=0,84 : 1), удельной производительности 117 т/(м²сутки), удельном расходе промывной воды 2,25 м³/т твердого материала получены: пульпа верхнего слива плотностью 1150-1160 кг/м³ с содержанием частиц класса плюс 0,1 мм менее 1 % и промытые пески плотностью 1667 кг/м³ (Ж : Т=0,53 : 1) с содержанием частиц класса минус 0,074 мм на уровне 2,2 %.



а)



б)



в)



г)

а) – нижняя часть, узел разгрузки, узел подачи промывной воды;

б) – рабочая зона аппарата и пульсационная камера;

в), г) – рабочая амплитуда колебаний в пульсационной камере

Рисунок 4.2 – Отдельные узлы колонного аппарата с пульсационным перемешиванием

Таблица 4.2 – Результаты полупромышленных испытаний процесса классификации твердого материала, выделения и промывки песков в колонном аппарате с пульсационным перемешиванием фаз (площадь сечения – 314 см², интенсивность колебаний – 510 мм/мин)

№ опыта	Характеристика исходной пульпы					Расход промывного раствора, дм ³ /мин	Удельный расход промывного раствора, м ³ /т твердого	Скорость восходящего потока промывного раствора, м/ч	Характеристика верхнего слива				
	Плотность исходной пульпы и Ж:Т, кг/м ³ / Ж:Т	Расход исходной пульпы, дм ³ /мин	Удельная производ., т/(м ² сутки)	Содержание урана					Плотность пульпы, кг/м ³	Содержание урана		Содержание частиц класса +0,1 мм, %	Выход твердого (расчетная величина), % от исходного твердого
				в жидкой фазе, г/дм ³	в твердой фазе, %					в растворе, г/дм ³	в твердой фазе, %		
1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14
1	1563 / 0,92 : 1	3,1	112	2,75	–	5,5	2,25	10,5	1145	0,78 0,96	–	6,2 следы	54
2	1563 / 0,92 : 1	3,1	122	3,08	0,019	5,8	2,18	11,0	1150-1160	1,07	0,024	0,7	52
	1600 / 0,79 : 1	3,0								0,94	0,008 0,01 0,008	0,5	
3	1600 / 0,79 : 1	3,0	122	3,08	–	5,8	2,18	11,0	1150-1160	0,94	–	следы	52
4	1600 / 0,79 : 1	3,0	122	3,08	–	5,8	2,18	11,0	1150-1160	0,93	–	0,5	53
5	1576 / 0,82 : 1	3,2	~110	3,28	–	5,8	2,5	11,5	1150-1160	0,80	–	0,5	54
										0,90	–	1,0	
среднее значение	1583 / 0,84 : 1	3,1	117	3,05	–	5,8	2,25	11,0	1150-1160	0,92	–	менее 1 %	52-54

Продолжение таблицы 4.2

Характеристика нижней разгрузки колонны					Эффективность отмывки урана, %	Разбавление урана в верхнем сливе
Плотность пульпы и Ж:Т, кг/м ³ и Ж:Т	Содержание урана		Содержание класса -0,074 мм, %	рН жидкой фазы		
	в растворе, г/дм ³	в твердой фазе, %				
15	16	17	18	19	20	21
1660 / 0,57 : 1	0,002 0,001	–	–	6,00	99,99	–
1670 / 0,55 : 1	0,002	0,011 0,008	1,5	6,10	99,99	–
	0,001	0,009 0,01				
1670 / 0,55 : 1	0,001	–	2,3	6,30	99,99	–
1675 / 0,54 : 1	0,001	–	1,7 2,6	6,50	99,99	–
1660 / 0,57 : 1	0,001	–	2,0	6,29	99,99	–
	0,001	–	3,5	6,18		–
1667 / 0,55 : 1	~0,001	–	2,2	6,30	99,99	3,3

При средней концентрации урана в исходной пульпе $3,05 \text{ г/дм}^3$ получены: верхний слив со средним содержанием урана $\sim 0,92 \text{ г/дм}^3$ и промытые пески с концентрацией урана во влаге $\sim 0,001 \text{ г/дм}^3$. При таких количествах урана эффективность отмывки составила 99,99 %, разбавление урана в верхнем сливе – 3,3 раза. Выход твердой фазы в верхний слив составил 52-54 % от общего количества твердого материала, поступающего в колонный аппарат. Эффективность классификации составила 97,0 %. При среднем содержании кислоты в исходной пульпе $18,3 \text{ г/дм}^3$ количество кислоты в верхнем сливе колонного аппарата снизилось до $6,9 \text{ г/дм}^3$, а величина рН жидкой фазы в нижней разгрузке песков находилась на уровне 6,3.

Наряду с анализами в жидкой фазе определяли содержание урана в твердой фазе исходной пульпы, верхнего слива и промытых песков. Из таблицы 4.2 следует, что содержание урана в промытых песках составляет 0,0095 % и не превышает исходные значения урана в твердой фазе 0,019 %. Это свидетельствует о том, что в результате процесса промывки песков водой в колонном аппарате не происходит адсорбции урана на твердую фазу.

Путем отбора проб из пробоотборников анализировали содержание урана по высоте колонного аппарата. Результаты анализа представлены в таблице 4.3.

Таблица 4.3 – Изменение концентрации урана в жидкой фазе по высоте колонного аппарата

		Содержание урана, г/дм^3 ,				в промытых песках
в исходной пульпе	в верхнем сливе	на расстоянии от верхней тарелки, м				
		1,0	1,7	2,6	3,6	
3,05	0,92	0,35	0,092	0,002	0,001	0,001

Из таблицы 4.3 следует, что содержание урана в жидкой фазе существенно снижается в нижней части колонного аппарата. Столь высокий эффект промывки достигается в результате того, что в нижней части колонного аппарата на высоте 2 м от места врезки пульсационной камеры накапливался и поддерживался в период всей работы аппарата плотный слой песков, который вследствие высоких скоростей (до 20 м/ч) промывной жидкости в межпоровом пространстве песков практически не пропускает шламы в нижнюю разгрузку. Этот положительный эффект подтверждается малым содержанием шламов в нижней разгрузке песков (до 2,2 % частиц класса минус 0,074 мм). Без накопления плотного слоя песков и поддержания его на рекомендуемом уровне происходит увеличение количества шламов в нижней разгрузке аппарата и содержания в растворе урана до $0,012\text{-}0,015 \text{ г/дм}^3$ вследствие его адсорбции на тонкодисперсном осадке. Поэтому для достижения высокой эффективности отмывки урана от песков необходимо в нижней части аппарата обеспечивать накопление плотного слоя песков высотой $\sim 2\text{-}2,5 \text{ м}$ и поддерживать его с помощью системы

автоматического регулирования. Только лишь в этом случае могут быть достигнуты высокие показатели отмывки урана от песков в колонном аппарате.

Высокие показатели работы колонного аппарата с пульсационным перемешиванием, достигнутые в ходе полупромышленных испытаний на ОХТЗ АО «ВНИИХТ» позволили рекомендовать его для промышленного использования на проектируемом Эльконском Горно-металлургическом комбинате. На основании проведенных исследований были подготовлены и выданы исходные данные для проектирования промышленных аппаратов на полную производительность предприятия. Эти исходные данные содержали рекомендации о накоплении и поддержании плотного слоя песков в нижней части колонного аппарата с использованием системы автоматического регулирования.

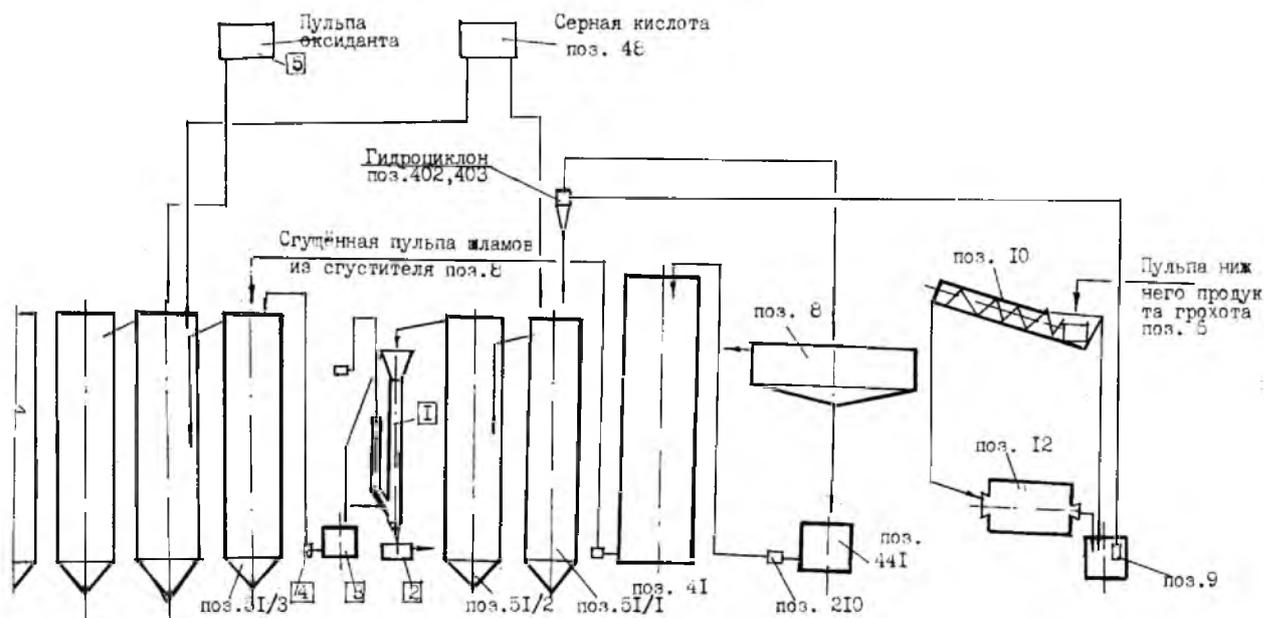
4.2 Исследования процессов классификации твердого материала и промывки песков в технологической схеме с загрузлением помола в опытном цехе ПАО «ППГХО»

В ноябре 2011 года специалисты АО «ВНИИХТ» приняли участие в опытно-промышленных испытаниях (см. Приложение А), которые проводились в Опытном гидрометаллургическом цехе (ОГМЦ) ПАО «ППГХО» («Приаргунское производственное горно-химическое объединение», г. Краснокаменск, Забайкальский край) для отработки процесса извлечения урана из руды с загрузлением помола при отдельном выщелачивании песков и шламов [129].

В СССР все крупные урановые предприятия, в том числе и ПАО «ППГХО» перерабатывали урановое сырье с крупностью измельчения минус 0,1 мм, однако, начиная с конца 70-80-х годов XX века, неоднократно делались попытки по отработке и внедрению технологической схемы, предусматривающей загрузление помола до крупности 0,3 мм.

Технологическая схема опытно-промышленных испытаний представлена на рисунке 4.3.

Исходная руда измельчалась до крупности 0,3 мм, после чего образующаяся пульпа направлялась в гидроциклон диаметром 150 мм для разделения на пески и шламы. Нижний продукт гидроциклона подавался в головной пачук каскада выщелачивания, а верхний продукт – на сгущение. После выщелачивания пески поступали в колонный аппарат с пульсационным перемешиванием для отмывки урана и выделения песков в отвал. Верхний слив колонного аппарата перекачивался в следующий пачук на смешение со сгущенными шламами гидроциклона. Далее в каскаде пачуков при дополнительной подаче кислоты и окислителя вели процесс выщелачивания шламов.



- 1 – колонный аппарат с пульсационным перемешиванием; 2 – емкость для приема промытых песков; 3 – емкость для приема верхнего слива колонного аппарата; 4 – центробежный насос; 5 – емкость для дозирования оксиданта

Рисунок 4.3 – Принципиальная аппаратурно-технологическая схема полупромышленных испытаний 2011 г

Такая схема позволяла осуществлять выщелачивание урана из плотной пульпы песков в жестком, агрессивном режиме при высоком расходе кислоты, что должно обеспечить высокое извлечение урана из крупных классов. Последующее же выведение песков из процесса позволяет снизить объемы пачуков сорбции и, следовательно, эксплуатационные затраты.

Выщелачивание песков проводили при температуре 70 °С, в течение 4,1 часа при расходе серной кислоты 192 кг/т твердого и добавлении окислителей MnO – 0,059 % от исходного твердого и HNO₃ 0,2 кг/т твердого. В результате при содержании в песках 0,151 % U, его извлечение составило 96,4 %.

Выделение и промывку песков вели в колонном аппарате с пульсационным перемешиванием диаметром 50 мм и высотой 1,6 м, секционированном массообменными тарелками, представленном на рисунке 4.4.

В результате при средней производительности 150 т/(м²сутки), расходе промывной воды 300 см³/мин (1,5 м³/т твердого) и интенсивности колебаний 550 мм/мин были получены верхний слив плотностью 1100 кг/м³ с содержанием частиц крупностью плюс 0,1 мм не более 2 % и промытые пески нижнего слива плотностью 1625-1630 кг/м³ с содержанием урана во влаге ~0,02 г/дм³. Эффективность отмывки составила 95,60 %.



а)



б)

а) – общий вид; б) – нижняя часть, узел разгрузки, узел подачи промывной воды

Рисунок 4.4 – Колонный аппарат в ОГМЦ ЦНИЛ ПАО «ППГХО»

Верхний слив колонного аппарата смешивался со сгущенными шламами гидроциклона и поступал на последующее выщелачивание в пачуках. Выщелачивание шламов проводили в два этапа – сначала при температуре 60 °С в течение 6 часов выщелачивали железо (перевод Fe (II) в Fe (III)), затем вскрытие урана – в течение 6 часов при 70 °С. Извлечение урана из шламов составило 95,3 % при расходе окислителя MnO 2,5 кг/т твердого и 92,2 % без дополнительного добавления окислителя.

Результаты опытно-промышленных испытаний приведены в таблицах 4.4, 4.5 и 4.6

Из таблиц 4.4, 4.5 и 4.6 видно, что выбор технологической схемы с закруглением помола до крупности 0,3 мм и отдельным выщелачиванием песков и шламов позволило значительно сократить расход окислителя (с 6 кг/т по существующей технологии до 2,5 кг/т по предлагаемой технологии, при сохранении извлечения урана в раствор ~ 96,0 %) и позволяет полностью отказаться от добавки окислителя при некотором снижении извлечения урана из руды, которое может составлять более 93,0 %.

Относительно невысокая эффективность отмывки (в сравнении с ОХТЗ, где этот показатель составил 99,99 %) объясняется сложностью ведения процесса в нестабильных условиях опытного цеха. Предполагалось провести работу в режиме, определенном в предыдущих испытаниях на ОХТЗ АО «ВНИИХТ», где в рабочей зоне колонного аппарата накапливался плотный слой песков, который препятствовал прохождению адсорбированных ураном шламов в нижний слив.

Таблица 4.4 – Результаты полупромышленных испытаний (средние значения по итогам работы) выщелачивания песков (содержание урана в исходной руде – 0,151 %)

Выщелачивание песков									
Плотность исходной пульпы, кг/м ³	Содержание частиц класса +0,1 мм, %	Дозировка серной кислоты, кг/т	Дозировка азотной кислоты, кг/т	Конечное ОВП, мВ	Содержание		Содержание урана в		Извлечение урана, %
					Fe (II), г/дм ³	Fe (III), г/дм ³	растворе, г/дм ³	кеке, %	
1625	90	192	0,2	450	3,5	2,4	2,1	0,0055	96,4

Таблица 4.5 – Результаты полупромышленных испытаний (средние значения по итогам работы) выщелачивания шламов

Выщелачивание шламов						
Плотность исходной пульпы, кг/м ³	Расход MnO ₂ , кг/т	Содержание		Конечное ОВП, мВ	Расход серной кислоты, кг/т	Извлечение урана, %
		Fe (II), г/дм ³	Fe (III), г/дм ³			
1274	2,5	7,8	5,9	471	83	95,3
	0	9,9	2,0	423	75	92,2

Таблица 4.6 – Результаты полупромышленных испытаний (средние значения по итогам работы) выделения и отмывки песков в колонном аппарате с пульсационным перемешиванием

Плотность исходной пульпы, кг/м ³	Нижний слив (пески)				Верхний слив (шламы)			Эффективность отмывки U, %
	Плотность, кг/м ³	Содержание класса -0,1 мм, %	Содержание U во влаге, г/дм ³	Содержание U в кеке, %	Плотность, кг/м ³	Содержание класса +0,1 мм, %	Содержание U в кеке, %	
1559	1625	8	0,02	0,0056	1100	2	0,0053	95,60

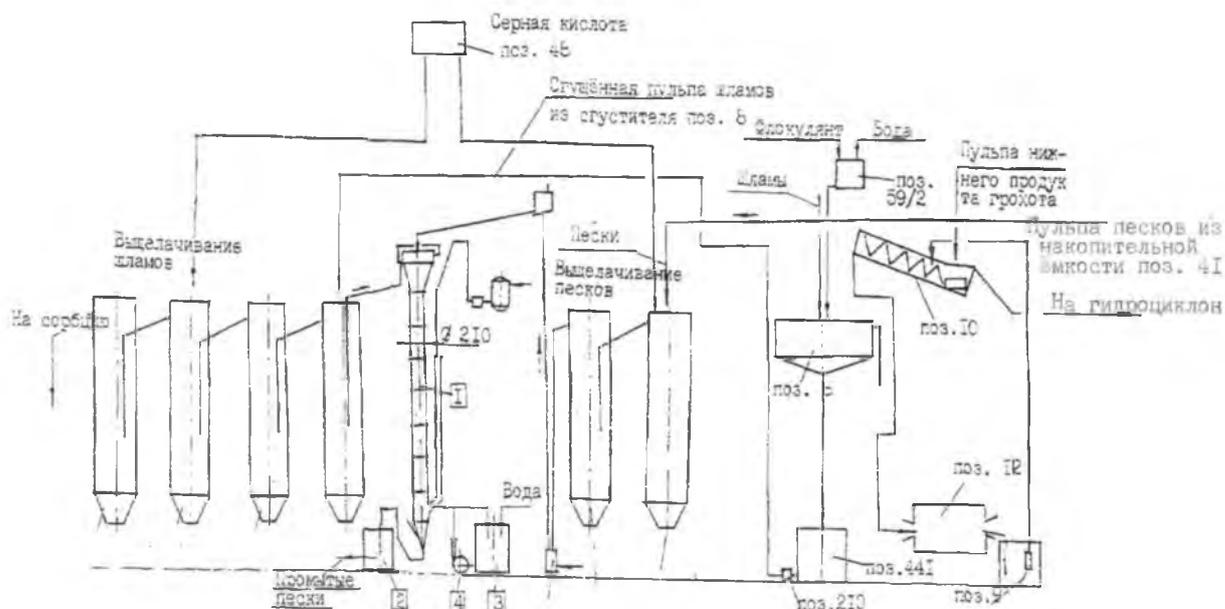
В ходе проведения испытаний в ОГМЦ не удалось создать плотный слой и поддерживать его на достаточном уровне в течение всего процесса. На рисунке 4.5 показана рабочая секционированная тарелками зона колонного аппарата, в которой граница раздела фаз четко не просматривалась. Таким образом, можно сказать, что процесс вели в режиме свободного осаждения. Полученный результат подтвердил правильность решения о накоплении плотного слоя в колонном аппарате для повышения эффективности процесса выделения и промывки песков.



Граница раздела фаз четко не просматривается
Рисунок 4.5 – Рабочая зона колонного аппарата

В декабре 2012 г. в ОГМЦ ЦНИЛ ПАО «ППГХО» были проведены полупромышленные испытания процесса переработки руды текущей добычи по технологическому регламенту, предложенному АО «ВНИПИпромтехнологии». Цель испытаний состояла в адаптации к условиям ПАО «ППГХО» разработанной ранее технологии АО «ВНИИХТ». Технология предполагает закручение помола руды до крупности 0,3-0,4 мм с последующим отдельным выщелачиванием «песковой» и «шламовой» фракций. Также, на основании результатов, полученных в ходе предыдущих испытаний, было принято решение полностью отказаться от окислителя, применяемого на этапе выщелачивания.

Технологическая схема для переработки рудного сырья в ОГМЦ ПАО «ППГХО», представленная на рисунке 4.6, включает рудоподготовку, выщелачивание в пачуках, сорбцию урана из пульпы анионитом, десорбцию и утилизацию хвостовой пульпы.



1 – колонный аппарат с пульсационным перемешиванием; 2 – емкость для приема промытых песков; 3 – емкость для подачи промывного раствора (воды); 4 – центробежный насос

Рисунок 4.6 – Аппаратурно-технологическая схема полупромышленных испытаний в ОГМЦ ПАО «ППГХО» в 2012 г

Условия проведения полупромышленных испытаний 2012 года были схожи с условиями испытаний 2011 года, но при этом имели некоторые принципиальные отличия [130]. Так колонный аппарат диаметром 50 мм и высотой 1,6 м был заменен на полупромышленную пульсационную колонну диаметром 210 мм и высотой 5,5 м (см. Приложение Б), а также в процессе раздельного выщелачивания песков и шламов было решено полностью отказаться от применения окислителя.

Исходная руда текущей переработки ГМЦ измельчалась до крупности 0,3 мм. Полученная пульпа поступала в гидроциклон диаметром 150 мм для разделения по классу 0,1 мм. Верхний слив гидроциклона направлялся на сгущение, а нижний слив (пески) подавался в головной пачук на выщелачивание урана и Fe(II) серной кислотой. Из первого пачука аэролифтом пульпа песков транспортировалась во второй пачук, после чего подавалась в колонный аппарат с пульсационным перемешиванием для выделения и промывки песков. Нижний слив колонного аппарата – промытые пески – направлялся в отвал, а верхний слив – шламовая пульпа – перекачивался в третий пачук, где смешивался со сгущенным верхним сливом гидроциклона. В третьем и в четвертом пачуках происходило окисление Fe(II) в Fe(III). Далее самотеком пульпа поступала в пятый пачук, в который добавлялась серная кислота, а затем в последующие четыре пачука для увеличения времени выщелачивания.

Исходная пульпа подавалась в первый пачук выщелачивания со средней плотностью 1363 кг/м^3 (Ж : Т=1,32 : 1) и средним содержанием песков класса плюс 0,1 мм в количестве 43,5 %. За весь период работы при средних значениях ОВП 472 мВ, температуре выщелачивания 38°C , времени пребывания твердой фазы в двух пачуках около 9 часов содержание урана в кеке отвальных песков составило 0,025 % (средняя величина). Извлечение урана из песков составило в среднем – 80,4 %. Результаты испытаний представлены в таблицах 4.7 и 4.8.

Из таблицы 4.8 следует, что в колонном аппарате с пульсационным перемешиванием при удельном расходе промывной воды $1,1 \text{ м}^3/\text{т}$ твердого, удельной производительности по твердому $124 \text{ т}/(\text{м}^2\text{сутки})$ содержание урана в жидкой фазе промытых песков составило $0,002 \text{ г/дм}^3$ (эффективность отмывки урана от песков 99,90 %). Полученные пески разгружались из колонного аппарата со средней плотностью 1630 кг/м^3 (Ж : Т=0,59 : 1). Количество частиц класса минус 0,063 мм в нижней разгрузке не превышало 1,5 %. В верхнем сливе колонного аппарата получена пульпа со средней плотностью 1157 кг/м^3 (Ж : Т=5,2 : 1) и содержанием частиц класса плюс 0,1 мм в количестве 5-6 %.

С самого начала работы в аппарате на высоте 1,5-2,0 м от места врезки пульсационной камеры накапливали плотный слой, а затем поддерживали его на одном уровне с использованием периодической разгрузки песков. Показателем эффективности данного приема является незначительное количество частиц класса минус 0,063 мм в песках, которое не превышало 1,5 %.

Средняя плотность пульпы, поступающей на сорбционную переработку, составила 1250 кг/м^3 . За период полупромышленных испытаний было переработано 12 тонн руды, работа велась круглосуточно. При содержании урана в исходной твердой фазе 0,13 % извлечение урана из шламов было на уровне 78 %. В целом извлечение урана из песков и шламов составило 79 % при суммарном расходе серной кислоты 86 кг/т исходной руды. Причинами столь низкой степени извлечения урана являются в первую очередь несоответствие используемого оборудования заданному технологическому регламенту. При этом работа колонного аппарата с пульсационным перемешиванием не вызвала нареканий.

Полупромышленные испытания технологических схем переработки уранового сырья, проведенные на ОХТЗ АО «ВНИИХТ» и в ОГМЦ ПАО «ППГХО», позволяют сделать выводы о высокой эффективности колонных аппаратов с пульсационным перемешиванием. Были отработаны способы регулирования процесса и режим работы аппарата с накоплением плотного слоя песков в рабочей зоне. Результаты испытаний подтвердили высокую эффективность предложенных нами приемов ведения процесса классификации и промывки.

Таблица 4.7 – Результаты полупромышленных испытаний с загрузлением помола и отдельным выщелачиванием песков и шламов (средние значения; содержание урана в исходной руде – 0,13 %)

Дата	Выщелачивание песков								Выщелачивание шламов						
	Плотность исходной пульпы, кг/м ³	Содержание частиц класса +0,1 мм, %	Дозировка серной кислоты, кг/ч	Конечное ОВП, мВ	Содержание		Содержание урана в		Извлечение урана, %	Плотность исходной пульпы, кг/м ³	Содержание		Конечное ОВП, мВ	Расход серной кислоты, кг/т	Извлечение урана, %
					Fe (II), г/дм ³	Fe (III), г/дм ³	растворе, г/дм ³	кеке, %			Fe (II), г/дм ³	Fe (III), г/дм ³			
18.12.2011	1420	50,6	21,2	462	3,75	2,07	0,84	0,0304	76,6	1355	0,39	0,84	410	32,8	69,3
19.12.2011	1330	41,6	17,2	468	4,36	2,46	0,79	0,0233	84,2	1350	0,39	0,28	425		75,4

Таблица 4.8 – Результаты полупромышленных испытаний процесса классификации твердого материала, выделения и промывки песков

Дата	Характеристика продуктов				Расход промывной воды, дм ³ /ч
	Верхний слив		Нижняя разгрузка		
	Плотность пульпы, кг/м ³	Содержание классов +0,1 мм, %	Плотность пульпы, кг/м ³	Содержание урана в растворе, г/дм ³	
18.12.2011	1170	5,7	1700	0,002	175
	1180	5,1	1710	0,002	
	1160	6,0	1720	не обнаружен	
19.12.2011	1190	-	1600	-	175
	1150		1590		
	1120		1650		
	1080		1570		
	1190		1580		
	1180		1670		
1180	1500				
Среднее значение	1157	5,6	1630	0,001-0,002	175

Выводы по главе 4

1 Проведены полупромышленные испытания технологических схем, предусматривающих использование колонных аппаратов с пульсационным перемешиванием.

2 Результаты полупромышленных испытаний подтвердили лабораторные исследования о влиянии основных параметров работы аппарата на эффективность процесса.

2 В ходе испытаний были отработаны режимы ведения процесса в условиях накопления и поддержания на постоянном уровне плотного слоя песков, а также приемы контроля высоты плотного слоя по границе колебаний в пульсационной камере аппарата.

3 В ходе работы колонного аппарата на ОХТЗ удалось достигнуть: эффективность классификации 97 %, эффективность промывки – 99,99 %. В ходе испытаний в Опытном цехе ПАО «ППГХО» эффективность промывки составила 99,90 %.

4. Испытания на «ППГХО» показали, что работа колонного аппарата в условиях свободного осаждения песков, без накопления и поддержания плотного слоя, характеризуется низкой степенью отмывки. Работа в условиях плотного слоя позволила повысить эффективность отмывки с 95,60 % до 99,90 %.

5 Испытания показали, что колонные аппараты могут быть использованы, как для новых проектируемых предприятий, так и для модернизации уже действующих.

Глава 5 Расчет рабочей высоты колонных аппаратов

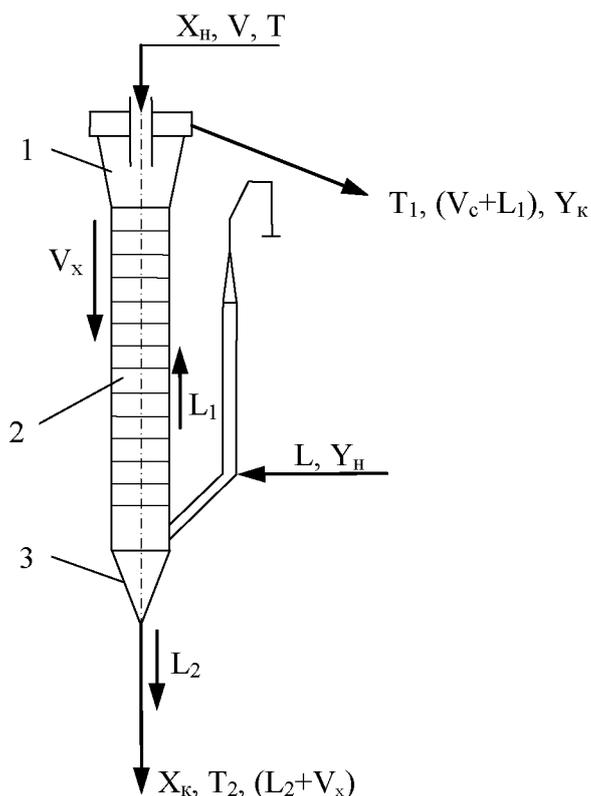
5.1 Использование приближенного метода расчета рабочей высоты колонного аппарата с учетом продольного перемешивания на основании диффузионной модели

В отличие от репульпационной многоступенчатой промывки, осуществляемой поочередно в аппаратах смесительного (реакторы) и разделительных (сгустители, фильтры, гидроциклоны и др.) типов, классификацию твердого материала, выделение песков и отмывку растворимых веществ в колонных аппаратах с пульсационным перемешиванием следует отнести к процессу диффузионной промывки [131]. Если параметры многоступенчатых репульпационных процессов могут быть определены на основе материальных балансов взаимодействующих веществ, то показатели диффузионной промывки не могут быть рассчитаны без рассмотрения кинетики процесса.

В основе диффузионной промывки крупнозернистых материалов (песков), сопровождающей процесс извлечения растворимых веществ, лежит явление переноса вещества из твердых частиц и окружающей их поровой жидкости в промывную жидкость. В результате контактирования осаждающихся твердых песковых частиц, окруженных поровой жидкостью высокой концентрации, с восходящим потоком, происходит переход растворимых веществ в промывной раствор, подобно описанному в [132]. Разность концентраций растворенных компонентов в поровой жидкости и промывном растворе является движущей силой процесса. Процесс отмывки растворимого урана от песков в колонном аппарате с пульсационным перемешиванием может быть отнесен к массообменным процессам [133], в которых движущей силой является разность концентраций урана в пленочной влаге песков и свободной промывной жидкости.

Процесс классификации твердого материала, выделения и промывки песков в колонных аппаратах с пульсационным перемешиванием может проводиться двумя способами: в условиях свободного осаждения песков, а также с накоплением плотного слоя песков в нижней секционированной части аппарата. В большинстве случаев все ранее проводившиеся работы и публикации [86, 91, 93, 102] о результатах исследований относились к первому способу.

Процесс классификации твердого материала и отмывки растворимых веществ при свободном осаждении песков в рабочей зоне аппарата схематически представлен на рисунке 5.1.



1 – верхняя отстойная камера; 2 – цилиндрическая обечайка; 3 – нижняя отстойная камера
 Рисунок 5.1 – Схема классификации твердого материала и отмывки растворимого вещества от песков в колонном аппарате в условиях свободного осаждения песков

В колонном аппарате можно выделить следующие процессы:

-в верхней камере 1 имеет место смешение исходной пульпы и промывного раствора, разбавление исходной пульпы и вывод верхнего слива на сорбцию;

-в секционированной рабочей цилиндрической обечайке 2 происходят классификация твердой фазы и отмывка растворимых веществ от песков при наложении на вертикальный поток возвратно-поступательных колебаний;

-в отстойной камере 3 имеет место уплотнение песков и их разгрузка из аппарата в виде плотной пульпы.

Уравнения материального баланса по растворимому веществу для всего колонного аппарата и времени 1 мин имеет следующий вид:

$$M = X_n V + L Y_n = (V_c + L_1) Y_k + X_k (L_2 + V_x), \quad (5.1)$$

$$V = V_c + V_x, \quad (5.2)$$

$$T = T_1 + T_2, \quad (5.3)$$

где M – масса переходящего компонента, г;

V – количество жидкой фазы в исходной пульпе, см³;

V_c – количество свободной (несвязанной твердой фазой) жидкости, см^3 ;

V_x – количество поровой (связанной) влаги, см^3 ;

L – расход промывной жидкости, см^3 ;

L_1 – количество промывной жидкости, поступающей восходящим потоком на промывку твердой фазы, см^3 .

L_2 – количество промывной жидкости, которая выводится с промытыми песками, см^3 ;

T – общее количество твердой фазы, исходной пульпы, г;

T_1 – количество твердой фазы (преимущественно шламов), выходящей с верхними сливами, г;

T_2 – количество твердой фазы (преимущественно песков), выходящей с нижней разгрузкой, г;

X_n – концентрация растворимого вещества во влаге исходной пульпы, г/дм^3 ;

Y_k – концентрация растворимого вещества во влаге верхнего слива, г/дм^3 ;

X_k – концентрация растворимого вещества в поровой влаге нижней разгрузки, г/дм^3 ;

Y_n – концентрация растворимого вещества в промывном растворе, г/дм^3 .

Для второй зоны уравнение материального баланса имеет вид:

$$V_x X'_n + L Y_n = L_1 Y'_k + V_x X'_k \quad (5.4)$$

где X'_n – концентрация растворимого вещества в поровой влаге на входе в секционированную зону 2 аппарата, г/дм^3 ;

Y'_k – концентрация растворимого вещества в свободной жидкости на выходе из секционированной части колонного аппарата, г/дм^3 ;

X'_k – концентрация растворимого вещества в поровой влаге на выходе из секционированной части аппарата, г/дм^3 .

В аппарате так же справедливы уравнения:

$$V_x + L_2 = V_2, \quad (5.5)$$

$$V_c + L_1 = V_1. \quad (5.6)$$

На рисунке 5.2 показан полный противоток песков и промывного раствора, осуществляемый в зоне 2. Материальный баланс на бесконечно малом участке контакта фаз:

$$dM = -V_x dy = L_1 dx. \quad (5.7)$$

Интегрируя (5.6) в пределах всего аппарата, имеем:

$$V_x (X'_n - X'_k) = L_1 (Y'_k - Y_n). \quad (5.8)$$

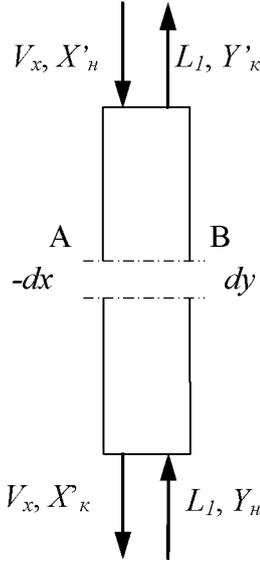


Рисунок 5.2 – Схема движения материальных потоков в рабочей зоне аппарата

Интегрирование до сечения А-В дает уравнение:

$$V_x(X'_н - X) = L_l(Y'_к - Y), \quad (5.9)$$

из (5.9):

$$Y = \frac{V_x}{L_l} X + (Y'_к - \frac{V_x}{L_l} X'_н), \quad (5.10)$$

$$Y = aX + b, \quad (5.11)$$

где a – удельный расход фаз:

$$a = \frac{V_x}{L_l}. \quad (5.12)$$

Из уравнений (5.10) и (5.11) следует, что концентрация распределяемого вещества в фазах является линейной зависимостью.

Связь между концентрациями распределяемого вещества может быть представлена графически в виде прямой рабочей линии и равновесной, которая для идеального процесса промывки выражается прямой линией. Для идеального процесса промывки это прямая под углом 45° .

Приближенный метод расчет высоты рабочей секционированной части аппарата с учетом продольного перемешивания может быть выполнен на основании диффузионной модели структуры взаимодействующих потоков [101]. Предложены [95, 96] для расчета H_p и h'_x при противоточном движении потоков для диффузионной модели уравнения (1.3) и (1.4).

В работах [134, 135] предложен расчет H_p на основании систем уравнений, но в [96] была обоснована целесообразность использования в расчетах формул (1.3) и (1.4).

Предварительно перед расчетом промышленного аппарата проводили исследования процесса промывки в лабораторном аппарате, выполненном из прозрачного органического стекла. На основании исследований процессов классификации и промывки песков определяли высоту единицы переноса и, полагая с приближением (с запасом), что она равна h_x , из (1.4) находили h'_x и из (1.3) определяли H_p .

После проведения испытаний графоаналитическим расчетом определяли число единиц переноса T_{nx} и высоту единицы переноса h_x .

Приведем пример расчета промышленного аппарата диаметром 1500 мм, в котором предполагается проводить процесс классификации твердого материала и промывки песков.

После процесса автоклавного выщелачивания урансодержащей измельченной руды с крупностью помола 45 % класса плюс 0,1 мм образуется пульпа, которую перед операцией сорбции из пульп направляют в колонный аппарат с пульсационным перемешиванием для классификации пульпы, выделения и отмывки песков. Исследования проводились в лабораторном аппарате диаметром 70 мм и высотой рабочей секционированной зоны 2,5 м. Аппарат секционирован тарелками с отверстиями диаметром 4 мм, направленными под углом 30°. В соседних тарелках направления отверстий чередовались по часовой и против часовой стрелкам.

Результаты испытаний близкие к оптимальным показаны на рисунке 5.3. Из представленных на рисунке 5.3 данных следует, что в колонном аппарате диаметром 70 мм и высотой рабочей зоны 2,5 м при удельной производительности 127 т/(м²сутки), удельном расходе промывной воды 1,8 м³/т твердого получены следующие показатели:

- содержание урана в верхнем сливе, 0,929 г/дм³;
- содержание урана во влаге нижней разгрузки, 0,013 г/дм³;
- эффективность отмывки урана, 99,8 %;
- разбавление жидкой фазы исходной пульпы, 2,7 раза;
- плотность пульпы верхнего слива, 1145 кг/м³;
- плотность пульпы нижней разгрузки, 1650 кг/м³.

Процесс промывки проводился в условиях свободного осаждения песков без их накапливания в нижней части колонны, секционированной тарелками. Граница раздела фаз пески-пульпа поддерживалась в нижней отстойной камере колонны. Возвратно-поступательные колебания в колонне осуществлялись при частоте 32 мин⁻¹ и амплитуде 25 мм.

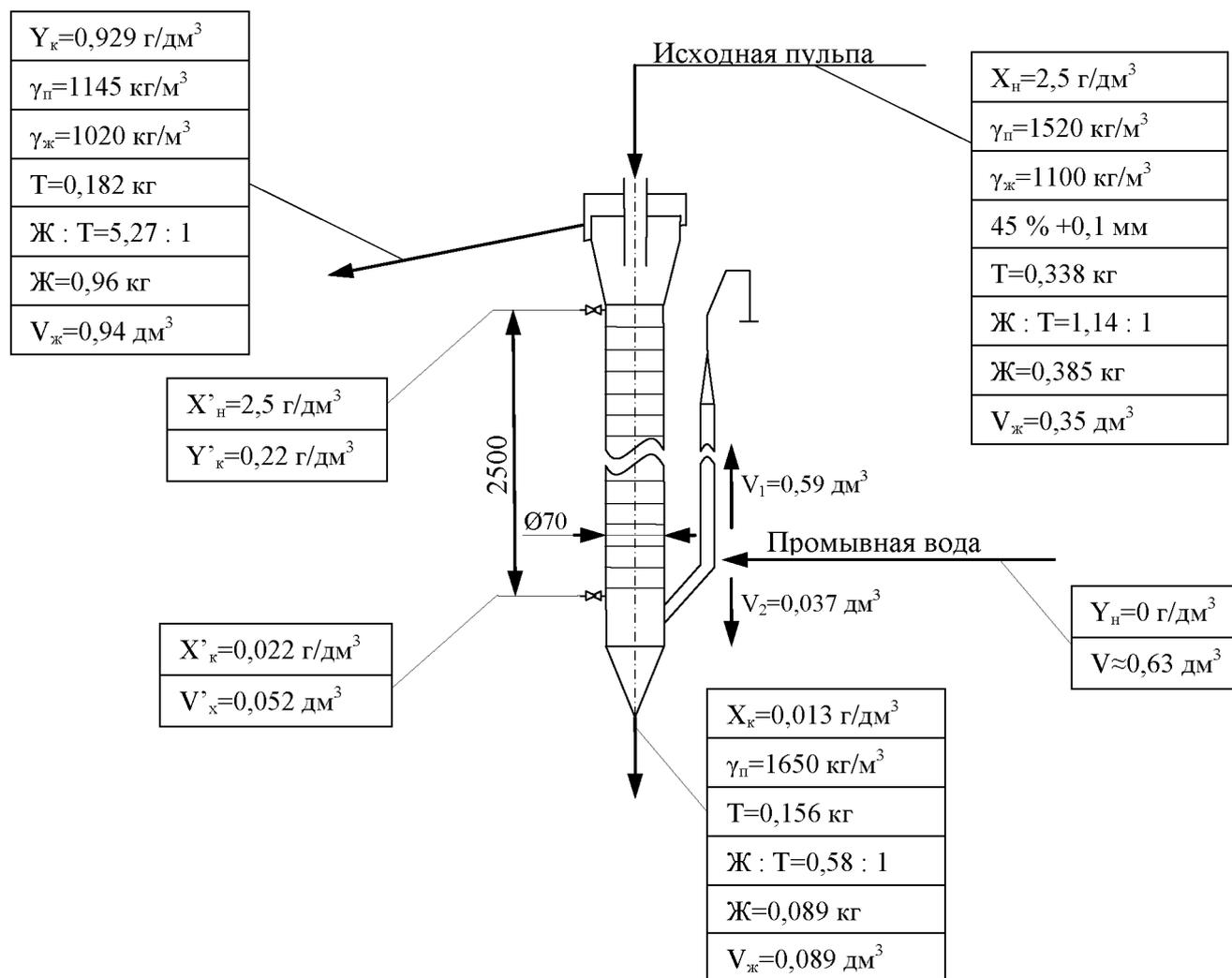


Рисунок 5.3 – Результаты исследований процесса классификации твердого материала и промывки песков (материальный баланс в 1 минуту)

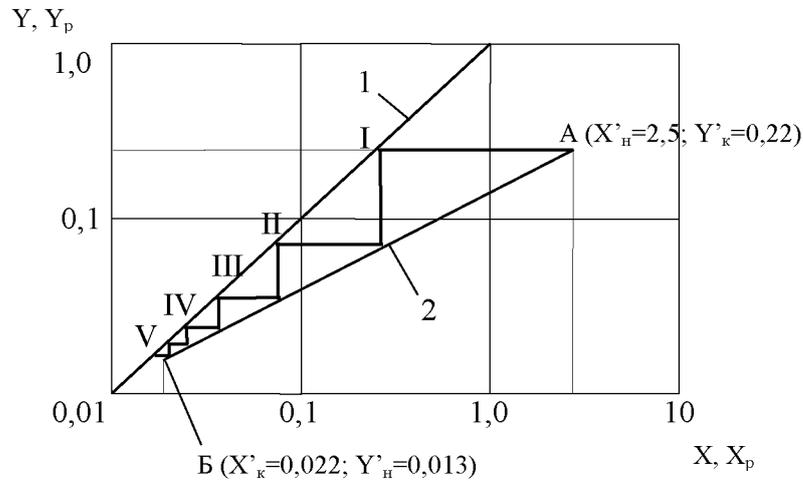
В условиях установившегося режима отбирали пробы пульпы из пробоотборника, расположенного над верхней тарелкой. Среднее содержание урана в свободной промывной воде составило $Y'_{\text{к}}=0,22 \text{ г/дм}^3$.

Из уравнения материального баланса $V'_{\text{х}}X'_{\text{н}}=V_1Y'_{\text{к}}$ рассчитывали объем пленочной влаги в осаждающихся песках:

$$V'_{\text{х}} = \frac{0,59 \cdot 0,22}{2,5} = 0,052 \text{ дм}^3.$$

На основании результатов исследований модельного аппарата и анализа проб пульпы над верхней тарелкой секционированной части аппарата и расчетов были определены величины $X'_{\text{к}}=0,022 \text{ г/дм}^3$, $Y'_{\text{к}}=0,22 \text{ г/дм}^3$, $X'_{\text{н}}=2,5 \text{ г/дм}^3$. По найденным значениям этих величин в системе логарифмических координат построена графическая зависимость для определения числа

ступеней изменения концентраций между равновесной и рабочей линиями. Зависимость представлена на рисунке 5.4.



1 – равновесная линия; 2 – рабочая линия

I-V – ступени промывки

Рисунок 5.4 – Определение числа ступеней изменения концентраций для процесса классификации, выделения и промывки песков

Из рисунка 5.4 следует, что в колонном аппарате в результате процесса массообмена обеспечиваются более пяти ступеней изменения рабочих концентраций.

По известным уравнениям [101] можно легко определить число единиц переноса:

$$T_{nx} = \frac{X_n - X_k}{\Delta X_m}, \quad (5.16)$$

где ΔX_m – средняя движущая сила процесса.

Когда между равновесными и рабочими концентрациями существует прямолинейная зависимость для определения средней движущей силы может быть использована следующая зависимость [96, 136]:

$$\Delta X_m = \frac{\Delta X_n - \Delta X_k}{2,3 \lg \frac{\Delta X_n}{\Delta X_k}}, \quad (5.17)$$

$$\Delta X_n = X_n - X_{pn}, \quad (5.18)$$

$$\Delta X_k = X_k - X_{pk}, \quad (5.19)$$

где ΔX_n – движущая сила в начале поверхности фазового контакта;

ΔX_k – движущая сила в конце поверхности фазового контакта;

X_{pn} и X_{pk} – соответствующие равновесные значения.

Подставляем в (5.17) известные и полученные графическим путем численные значения (г/дм³): $X_H=2,5$; $X_{PH}=0,29$; $X_K=0,022$; $X_{PK}=0,013$, получаем:

$$\Delta X_m = \frac{(2,5 - 0,29) - (0,022 - 0,013)}{2,31g \frac{(2,5 - 0,29)}{(0,022 - 0,013)}} = 0,40, \text{ г/дм}^3.$$

Подставляем найденное значение в (5.16) для определения числа единиц переноса:

$$T_{nx} = \frac{2,5 - 0,022}{0,40} = 6,2.$$

Зная T_{nx} , определяем h_x лабораторного аппарата из уравнения (1.4):

$$h_x = \frac{2,5}{6,2} = 0,40 \text{ м.}$$

В результате отбора проб из рабочей зоны лабораторного аппарата определяли Φ – долю рабочего объема, приходящуюся на дисперсную фазу. Установлено многочисленными опытами $\Phi=0,27$ для условий свободного осаждения песков. На основании расчета материального баланса лабораторной модели, представленного на рисунке 5.3, оценим объемные расходы дисперсной V_d и сплошной фаз V_c промышленного аппарата диаметром 1500 м. Для промышленного аппарата, у которого площадь рабочей зоны в 458,3 раза больше площади лабораторной модели, $V_d=26,1$ дм³/мин (435 см³/с) и $V_c=270,4$ дм³/мин (4506 см³/с).

В настоящее время в научной литературе отсутствуют сведения о контактных устройствах, применяемых в процессе классификации твердого материала, выделения и промывки песков, которые позволяют определить коэффициенты продольного перемешивания соответственно дисперсной E_d и сплошной E_c фаз. При этом в промышленном колонном аппарате с пульсационным перемешиванием возможно применять различные контактные насадки – тарелки КРИМЗ, ситчатые, Киттеля и др. Имеются экспериментальные данные [101] для определения коэффициентов E_d и E_c при использовании тарелок КРИМЗ в процессах сорбционной переработки. В виду того, что скорость свободного осаждения песков близка к скорости осаждения ионообменных смол, эти данные допустимо использовать при расчете процесса классификации пульп. Так, например, для колонного аппарата диаметром 1500 мм, работающего при интенсивности 600-800 мм/мин в режиме свободного осаждения смолы, с насадками КРИМЗ, расстояние между которыми 0,25 м, E_c принимается равным 12-15 см²/с. При этом значения E_d для смолы в колонне диаметром 1500 мм отсутствуют, но известно, что для аппарата диаметром 200 мм верно соотношение $E_c/E_d=5,5$, отсюда можно сделать

допущение, что при $E_c=13,5 \text{ см}^2/\text{с}$ коэффициент продольного перемешивания дисперсной фазы $E_d=2,45 \text{ см}^2/\text{с}$.

С учетом подобных допущений примем $E_d=2,45 \text{ см}^2/\text{с}$, $E_c=13,5 \text{ см}^2/\text{с}$. Подставляем найденные и принятые значения в (1.5):

$$h'_x=0,40+\left(\frac{2,45\cdot 0,27\cdot 1,76\cdot 10^4}{435\cdot 10^2}+\frac{13,5\cdot (1-0,27)\cdot 1,76\cdot 10^4}{4506\cdot 10^2}\right)=0,40+0,27+0,39=1,06 \text{ м.}$$

Подставляем T_{nx} и h'_x в уравнение (1.4):

$$H_p=1,06\cdot 6,2=6,57 \text{ м.}$$

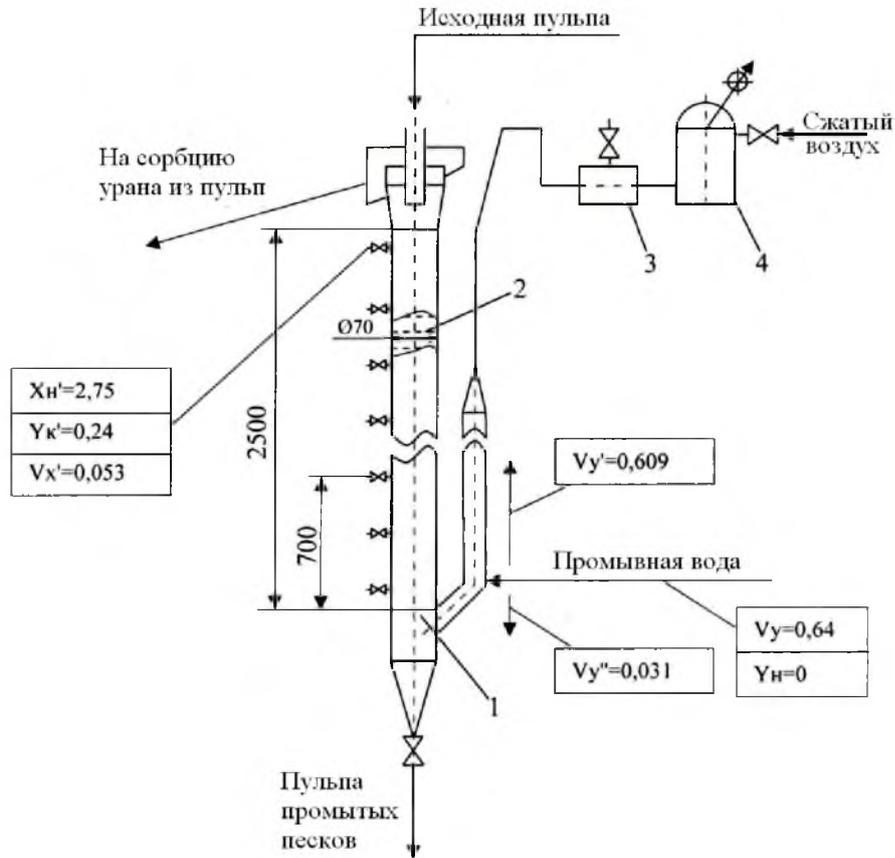
Принимаем $H_p=7 \text{ м}$.

Таким образом, из приведенного расчета видно, что для достижения удовлетворительных результатов отмывки (эффективность – 99,80 %) высота рабочей зоны колонного аппарата диаметром 1500 м, работающего в режиме свободного осаждения песков, должна быть не менее 7 м.

5.2 Расчет высоты колонного аппарата с пульсационным перемешиванием с учетом накопления плотного слоя песков

Для получения высоких результатов процесса классификации твердого материала, выделения песков и отмывки ценного компонента в колонном аппарате с пульсационным перемешиванием нами рекомендовано накапливать и поддерживать на определенном уровне плотный слой песков, в котором промывной раствор движется с более высокой скоростью. Вследствие этого плотный слой служит защитной зоной, препятствующей поступлению шлам в нижнюю разгрузку песков. Таким образом, в рабочей зоне аппарата создаются два слоя: верхний – разбавленный, в котором движение песков происходит в условиях свободного осаждения, и нижний – более плотный. В виду этого, расчет высоты колонного аппарата, приведенный выше, является приближенным, так как в рассмотренном режиме твердый материал равномерно осаждается по всей высоте аппарата и периодически выводится в нижнюю разгрузку. Однако на практике до половины рабочей зоны колонны занято накопленными и поддерживаемыми на определенном уровне песками, которые создают плотный слой, где осаждение твердого материала осуществляется в стесненном режиме. Такие условия ведения процесса являются приоритетными в работе колонного аппарата с пульсационным перемешиванием для классификации, выделения и промывки песков, поэтому расчет высоты колонного аппарата требует определенной корректировки с учетом данных условий.

Как и в предыдущем варианте перед организацией процесса в промышленности предварительно проводили исследования в лабораторных условиях в модельном аппарате диаметром 70 мм и высотой рабочей обечайки 2,5 м, который представлен на рисунке 5.5.



1 – колонный аппарат; 2 – массообменные тарелки; 3 – пульсатор; 4 – ресивер

Рисунок 5.5 – Колонный аппарат с пульсационным перемешиванием для классификации твердого материала и отмывки урана от песков

В этом аппарате были проведены исследования процесса разделения пульпы, полученной после выщелачивания урана, на пески и шламы и отмывки урана от песков. В качестве исходной использовали пульпу с плотностью 1520 кг/м^3 и крупностью измельчения твердой фазы, которая представлена в таблице 5.1.

Таблица 5.1 – Ситовая характеристика твердой фазы

Размер частиц, мм	+0,315	-0,315+0,1	-0,1+0,074	-0,074
Содержание, %	2,7	42,3	6,9	48,1

Средние показатели результатов исследований процесса классификации твердого материала, выделения песков и отмывки урана представлены в таблице 5.2.

Таблица 5.2 – Результаты исследований процесса классификации твердого материала и отмывки урана от песков в колонном аппарате с пульсационным перемешиванием диаметром 70 мм (интенсивность колебаний – 650 мм/мин)

Исходная пульпа	Расход пульпы, $\text{дм}^3/\text{мин}$	0,45
	Плотность пульпы, $\text{кг}/\text{м}^3$	1520
	Количество твердого, $\text{кг}/\text{мин}$	0,32
	Удельная производительность по твердому, $\text{т}/(\text{м}^2\text{сутки})$	120
	Соотношение Ж : Т	1,14 : 1
	Плотность жидкой фазы, $\text{кг}/\text{м}^3$	1100
	Содержание урана в жидкой фазе, $\text{г}/\text{дм}^3$	2,75
	Содержание урана в твердой фазе, %	0,019
Расход промывной воды, $\text{дм}^3/\text{мин}$		0,64
Удельный расход промывной воды, $\text{м}^3/\text{т}$ твердого		2
Верхний слив	Содержание урана в жидкой фазе, $\text{г}/\text{дм}^3$	1,03
	Количество твердой фазы, $\text{г}/\text{мин}$	0,173
	Плотность пульпы, $\text{кг}/\text{м}^3$	1149
	Соотношение Ж : Т	5,32 : 1
	Плотность жидкой фазы, $\text{кг}/\text{м}^3$	1037
	Содержание частиц класса +0,1 мм, %	1,5
	Содержание урана в твердой фазе, %	0,024
Нижняя разгрузка	Плотность пульпы, $\text{кг}/\text{м}^3$	1660
	Выход твердой фазы, $\text{кг}/\text{мин}$	0,147
	Соотношение Ж : Т	0,57 : 1
	Содержание урана в жидкой фазе, $\text{г}/\text{дм}^3$	0,001
	Содержание урана в поровой влаге, $\text{г}/\text{дм}^3$	0,0015
	Количество частиц класса -0,074 мм, %	2
	Содержание урана в твердой фазе, %	0,009
Эффективность отмывки, %		99,98

Из данных таблицы 5.2 следует, что в колонном аппарате с пульсационным перемешиванием диаметром 70 мм и высотой обечайки 2,5 м, секционированной контактными массообменными тарелками, при удельном расходе промывной воды $2 \text{ м}^3/\text{т}$ твердого, интенсивности колебаний 650 мм/мин достигнута эффективность отмывки урана от песков 99,98 %. В верхнем сливе получена пульпа с плотностью $1149 \text{ кг}/\text{м}^3$, с содержанием урана в

жидкой фазе $1,03 \text{ г/дм}^3$ и с количеством песков класса плюс $0,1 \text{ мм}$ около $1,5 \%$. В нижней разгрузке получена пульпа с плотностью 1660 кг/м^3 и содержанием урана в жидкой фазе $0,001 \text{ г/дм}^3$. Количество частиц класса минус $0,074 \text{ мм}$ в нижней разгрузке не превышает 2% . При содержании урана в твердой фазе исходной пульпы $0,019 \%$ количество урана в твердой фазе верхнего слива (в шламах) составляет $0,024 \%$, а содержание урана в нижней разгрузке (в песках) находится на уровне $0,009 \%$.

В условиях установившегося режима отбирали пробы пульпы через пробоотборник, расположенный в области двух верхних контактных тарелок. Среднее содержание урана в промывном растворе Y_k' на выходе из секционированной части колонны составило $0,24 \text{ г/дм}^3$. Полагали, что концентрация урана в пленочной влаге песков X_n' за короткое время пребывания от момента их поступления из питательного стакана в аппарат до уровня верхних тарелок существенно не изменится и будет составлять $2,75 \text{ г/дм}^3$. Объем пленочной влаги песков, поступающих в секционированную рабочую зону аппарата из верхней отстойной камеры, $V_x'=0,053 \text{ дм}^3$ определяли по уравнению:

$$V_x' X_n' = V_y' Y_k', \quad (5.21)$$

где V_y' – восходящий поток промывного раствора, $0,609 \text{ дм}^3/\text{мин}$.

В отличие от прежних работ для достижения более высоких показателей отмывки в нижней рабочей зоне аппарата накапливали плотный слой песков высотой $0,7 \text{ м}$, в котором промывной раствор движется с более высокой скоростью. Такой слой накапливали в начале опыта при заполнении аппарата и поддерживали в течение всего процесса на одном уровне. В результате этого в рабочей зоне аппарата образовывались два слоя: верхний высотой $1,8 \text{ м}$ – разбавленный, в котором движение песков происходило в условиях свободного осаждения, и нижний – более плотный. Путем отбора проб в верхнем и нижнем слоях определяли среднюю объемную концентрацию песков, которая для верхнего слоя составила $\Phi_1=0,27$, для плотного слоя $\Phi_2=0,41$.

Графическим построением в логарифмической системе координат, представленном на рисунке 5.6, определяли число единиц переноса для слоя свободного осаждения песков $n_{св}$ и плотного слоя $n_{см}$, и высоты h_{x1} и h_{x2} слоев, соответствующих единице переноса для поршневого движения фаз:

$$h_{x1} = \frac{H_{св}}{n_{св}} = \frac{1,8}{3} = 0,6, \text{ м},$$

$$h_{x2} = \frac{H_{см}}{n_{см}} = \frac{0,7}{3} = 0,23, \text{ м}.$$

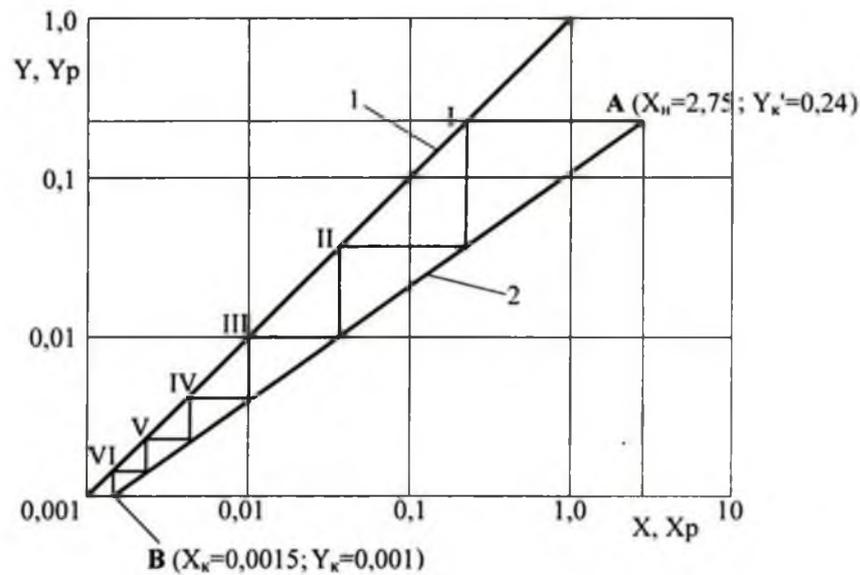
Полученные значения h_{x1} и h_{x2} лабораторной модели использовали для расчета [96] кажущихся высот единиц переноса h'_{x1} и h'_{x2} , учитывающих влияние продольного перемешивания по диффузионной модели структуры взаимодействующих потоков, для слоя со свободным осаждением песков и плотного слоя при расчете H_p промышленного аппарата диаметром 1500 мм по уравнениям:

$$h'_{x1} = h_{x1} + \frac{E_{d1}\Phi_1 q_c}{V_d} + \frac{E_{c1}(1-\Phi_1)q_c}{V_c}, \quad (5.22)$$

$$h'_{x2} = h_{x2} + \frac{E_{d2}\Phi_2 q_c}{V_d} + \frac{E_{c2}(1-\Phi_2)q_c}{V_c}, \quad (5.23)$$

где E_{d1} и E_{c1} – коэффициенты продольного перемешивания соответственно дисперсной и сплошной фаз для свободного осаждения, $\text{см}^2/\text{с}$;

E_{d2} и E_{c2} – коэффициенты продольного перемешивания для зоны плотного слоя песков $\text{см}^2/\text{с}$.



1 – линия равновесия идеального процесса; 2 – линия рабочих концентраций;

I-VI – ступени промывки

Рисунок 5.6 – График изменения концентраций по ступеням процесса

По аналогии с приближенным методом расчета, описанным в разделе 5.1 коэффициенты E_{d1} и E_{c1} принимали на основании экспериментальных данных для сорбционного колонного аппарата с пульсационным перемешиванием диаметром 1500 мм, секционированного тарелками КРИМЗ (рекомендовано $E_c=12\div 15 \text{ см}^2/\text{с}$) и по аналогии с аппаратом диаметром

200 мм, для которого верно соотношение $E_c/E_d=5,5$. На основании чего принимаем $E_{c1}=13,5 \text{ см}^2/\text{с}$, а $E_d=2,45 \text{ см}^2/\text{с}$.

Во всех лабораторных опытах величины E_{d1} и E_{c1} для слоя свободного осаждения превышали E_{d2} и E_{c2} для плотного слоя, это же подтверждается в [97, 137]. Можно полагать, что в промышленных аппаратах E_{d2} и E_{c2} будут также ниже E_{d1} и E_{c1} . С запасом, не имея опытных данных для промышленного аппарата, E_{d2} и E_{c2} принимали равными E_{d1} и E_{c1} . Подставляем численные значения в уравнения (5.22) и (5.23):

$$\begin{aligned} h'_{x1} &= 0,6 + \frac{2,45 \times 0,27 \times 1,76 \times 10^4}{412 \times 10^2} + \frac{13,5 \times (1 - 0,27) \times 1,76 \times 10^4}{4651 \times 10^2} = \\ &= 0,60 + 0,28 + 0,37 = 1,25 \text{ м}, \\ h'_{x2} &= 0,23 + \frac{2,45 \times 0,41 \times 1,76 \times 10^4}{412 \times 10^2} + \frac{13,5 \times (1 - 0,41) \times 1,76 \times 10^4}{4651 \times 10^2} = \\ &= 0,23 + 0,43 + 0,30 = 0,96 \text{ м}. \end{aligned}$$

Кажущиеся высоты единиц переноса и найденные величины чисел единиц переноса использовали для расчета высоты рабочей части промышленного аппарата [96]:

$$\begin{aligned} H_p &= h'_{x1} \times n_{ce} + h'_{x2} \times n_{cm} = 1,25 \times 3 + 0,96 \times 3 = \\ &= 6,63 \approx 7,00 \text{ м}. \end{aligned}$$

При этом стоит отметить, что для достижения тех же результатов отмывки ценного растворимого компонента в колонном аппарате с пульсационным перемешиванием при режиме работы без накопления и поддержания на определенном уровне плотного слоя песков потребуется аппарат значительно большей высоты.

По формуле (5.17), подставляя полученные экспериментально и графическим путем значения, определяем среднюю движущую силу процесса:

$$\Delta X_m = \frac{(2,75 - 0,36) - (0,0015 - 0,001)}{2,31 \lg \frac{(2,75 - 0,36)}{(0,0015 - 0,001)}} = 0,28, \text{ г/дм}^3.$$

Полученный результат подставляем в (5.16) для определения числа единиц переноса:

$$T_{mx} = \frac{2,75 - 0,0015}{0,28} = 9,82.$$

Зная T_{mx} , определяем h_x лабораторного аппарата из уравнения (1.4):

$$h_x = \frac{2,5}{9,82} = 0,26 \text{ м}.$$

По формуле (1.5) находим значение h'_x , для колонного аппарата, работающего в режиме свободного осаждения песков:

$$h'_x = 0,26 + \frac{2,45 \times 0,27 \times 1,76 \times 10^4}{412 \times 10^2} + \frac{13,5 \times (1 - 0,27) \times 1,76 \times 10^4}{4651 \times 10^2} =$$

$$= 0,26 + 0,28 + 0,37 = 0,91 \text{ м.}$$

Высоту рабочей части промышленного колонного аппарата рассчитываем по формуле (1.4):

$$H_p = 0,91 \times 9,82 = 8,94 \approx 9 \text{ м.}$$

Проведенный расчет показывает, что для достижения в промышленном производстве значений по отмывке ценных растворимых компонентов от песков, полученных в лабораторных условиях, необходим колонный аппарат высотой 9 м. При этом использование в работе приема накопления и поддержания плотного слоя песков позволяет получить эти высокие результаты в колонном аппарате высотой 7 м. Таким образом, вполне очевидно, что ведение процесса в предложенном нами режиме не только позволяет достигнуть наивысшей степени эффективности промывки песков, но и позволяет снизить (на 20 %) расход материальных ресурсов.

Выводы по главе 5

1 Предложен расчет процесса промывки в колонных аппаратах, который строится на основе теории массообмена между промывной жидкостью и пленочной влагой твердого материала.

2 Предложена методика расчета высоты промышленного колонного аппарата на основании лабораторных исследований, которая учитывает влияние продольного перемешивания фаз и наличие в аппарате зон с различной объемной концентрацией твердого материала, возникающие ввиду накопления плотного слоя песков.

3 Расчет, в котором учитываются различные факторы, показал, что для достижения заданной величины эффективности промывки, которая составляет 99,98 %, высота рабочей зоны промышленного колонного аппарата с пульсационным перемешиванием диаметром 1500 мм должна составлять 7 м.

4 Рассчитано, что столь же высоких результатов в промышленном аппарате диаметром 1500 мм, работающем в режиме свободного осаждения песков, удастся достигнуть при высоте его рабочей зоны не менее 9 м.

Глава 6 Использование колонных аппаратов с пульсационным перемешиванием при гидрометаллургической переработке руд

6.1 Использование колонного аппарата с пульсационным перемешиванием в технологической схеме с заглублением помола для переработки руд Эльконского месторождения в опытном цехе ПАО «ППГХО»

В связи с разработкой принципиально новой технологической схемы комплексной переработки руд Эльконского месторождения, включающей получение урана, ванадия, золота, серебра, молибдена и др. было принято решение о расширении производственных площадей опытного цеха ПАО ППГХО, на которых предполагалось разместить новое оборудование, в том числе установить колонный аппарат с пульсационным перемешиванием диаметром 400 мм для классификации пульп, выделения и промывки песков. На рисунке 6.1 представлен общий вид установки, на которую нами было выдано техническое задание на проектирование.

Установка включает: колонный аппарат 1 с пульсационным перемешиванием диаметром 400 мм и высотой цилиндрической обечайки 6 м, секционированный контактными массообменными тарелками, пульсатор 6, ресивер 7, емкость 2 для подачи промывной воды, ротаметр 13, насос 4, аэролифт 21-22, воздухоотделитель 8. В состав колонного аппарата входит верхняя отстойная камера, шесть рабочих секций длиной 1000 мм, нижняя отстойная и пульсационная камеры.

Опытный аппарат имеет системы ручного и автоматического регулирования процесса. В состав системы автоматического регулирования процесса входят: верхний 10в и нижний 10н датчики уровня жидкости в пульсационной камере, вторичный прибор 9, клапан 15 разгрузки промытых песков и клапан 16 подачи воды в аэролифт. Для поддержания заданного давления в ресивере 7 используются датчик давления 11 и вторичный прибор 12, который управляет работой клапана 25.

Пуск и наладка работы колонного аппарата осуществляются следующим образом. Из емкости 2 центробежным насосом 4 через ротаметр 13 с заданным расходом подается промывная вода. После заполнения аппарата в работу включается пульсатор 6, открытием вентиля вручную регулируется подача сжатого воздуха в ресивер 7. В ресивере устанавливается такое давление, при котором граница колебаний воды находится в пределах верхнего и нижнего смотровых окон пульсационной камеры аппарата. Давление сжатого воздуха в ресивере контролируется по манометру 28.

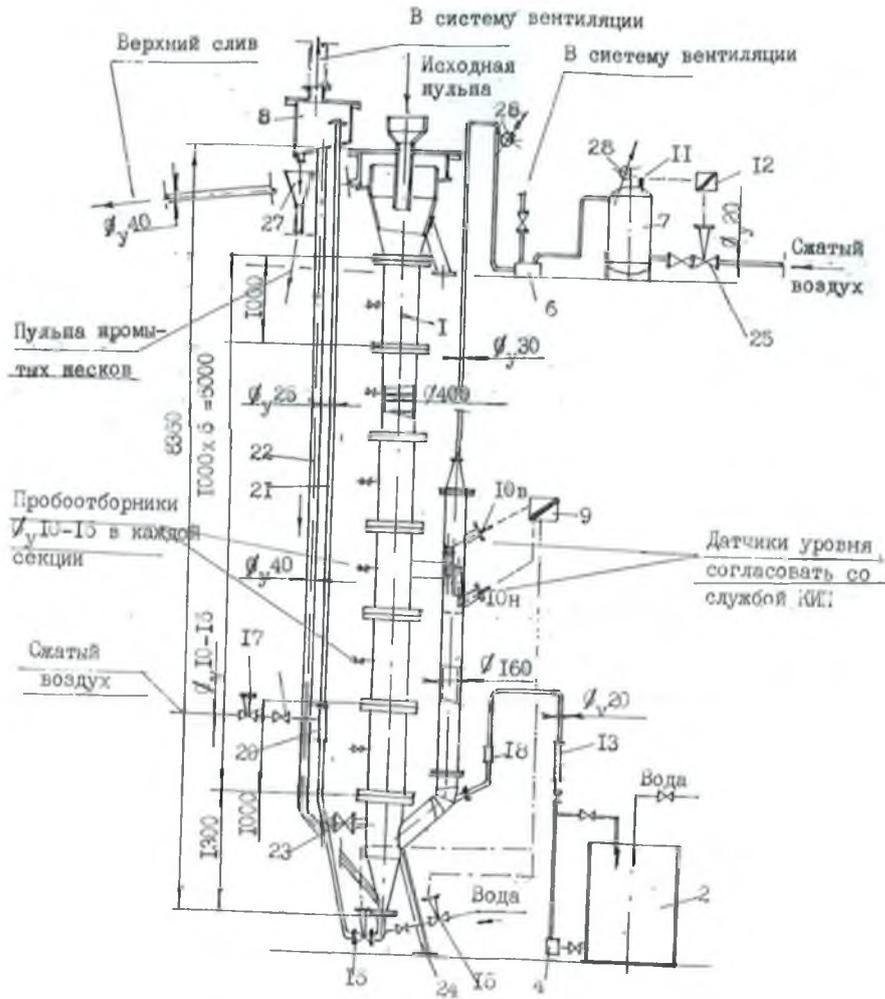


Рисунок 6.1 – Полупромышленный колонный аппарат с пульсационным перемешиванием диаметром 400 мм

Интенсивность пульсаций в колонном аппарате определяется частотой колебаний (числом оборотов пульсатора) и амплитудой колебаний, величина которой регулируется вентилем, установленным на выходе сжатого воздуха в атмосферу. После заполнения аппарата водой и стабилизации пульсаций заданной интенсивности в верхнюю отстойную камеру подается пульпа с заданным расходом. В рабочей части аппарата осуществляется классификация твердых частиц, при которой тонкодисперсные частицы направляются в верхний слив, а пески движутся вниз навстречу восходящему потоку промывной жидкости в условиях возвратно-поступательных колебательных движений по часовой и против часовой стрелкам на соседних тарелках. При поступлении пульпы в аппарат повышается сопротивление воздействию давления сжатого воздуха, и граница колебаний в пульсационной камере начинает подниматься выше верхнего смотрового окна. Для возврата границы колебаний в исходное положение вручную повышают давления сжатого воздуха в ресивере.

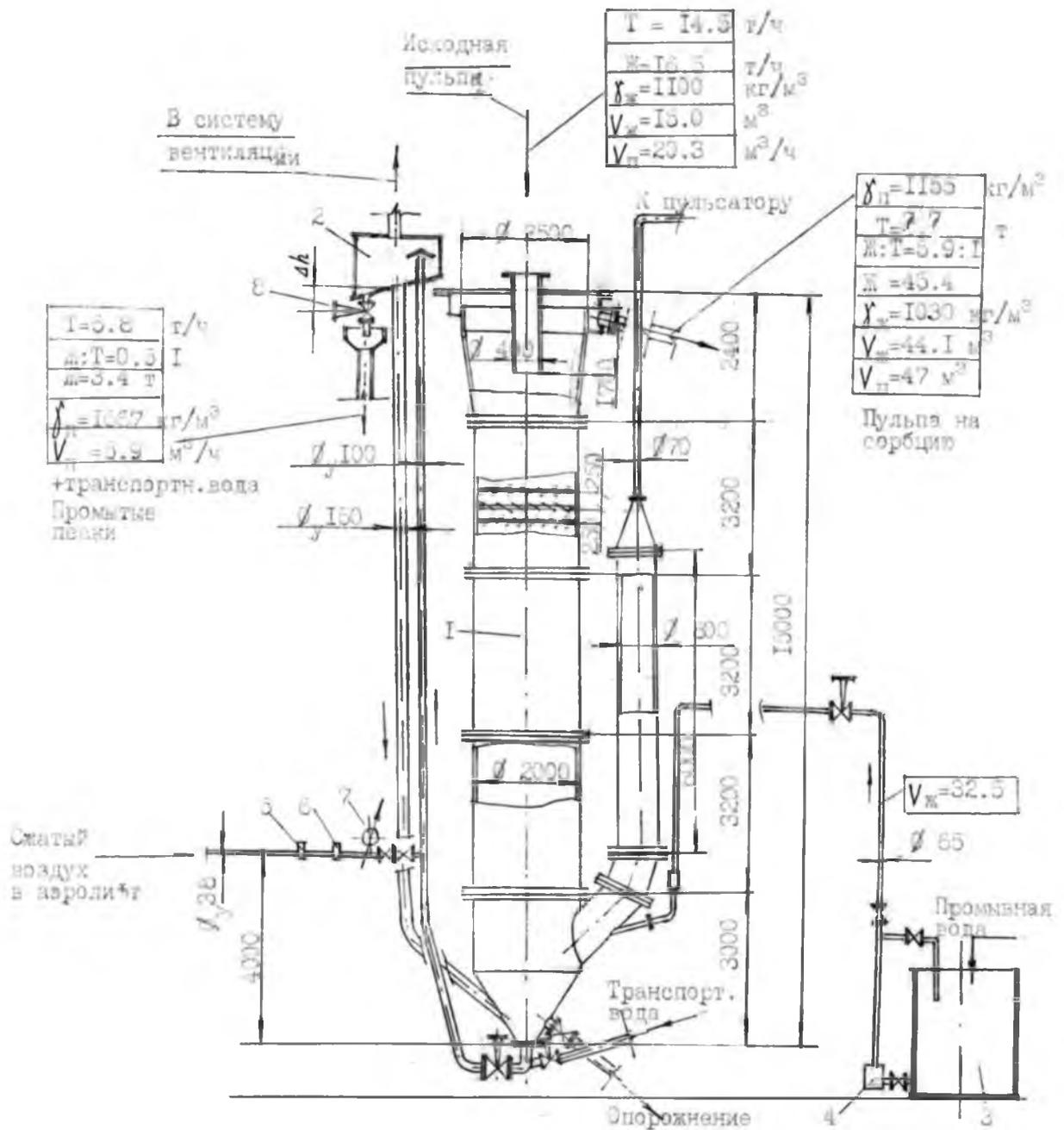
При заполнении песками отстойной камеры и нижней части рабочей зоны аппарата, секционированной тарелками, на уровне смотрового окна включается система автоматического регулирования процесса. При достижении границы пульсаций датчика 10в, расположенного в пульсационной камере, через вторичный прибор 9 поступает сигнал на клапан 15 и клапан 16. Клапан 15 соединен с аэролифтом 21-22, с помощью которого идет удаление промытых песков из аппарата, а через клапан 16 в систему для улучшения разгрузки поступает вода. По мере разгрузки песков сопротивление воздействию давления сжатого воздуха в аппарате падает, и граница колебаний в пульсационной камере опускается вниз, пока не достигнет датчика уровня 10н. После этого на клапаны 15 и 16 поступает сигнал, они закрываются, и разгрузка песков прекращается. Далее эти операции периодически повторяются. Такая система регулирования, подробно описанная в [120], позволяет вести непрерывный процесс в режиме поддержания на постоянном уровне плотного слоя песков. Работа колонного аппарата в таком режиме обеспечивает высокую эффективность процесса промывки.

6.2 Рекомендации по использованию колонных аппаратов с пульсационным перемешиванием в технологических схемах переработки руд Эльконского месторождения на промышленном предприятии

На рисунке 6.2 представлен промышленный колонный аппарат диаметром 2000 мм и высотой 15 м, рабочая зона высотой 9,6 м секционирована контактными массообменными тарелками, изображенными на рисунке 6.3. Расстояние между тарелками 250 мм. Лопасты соседних тарелок направлены в противоположные стороны и обеспечивают вращение материальных потоков по часовой и против часовой стрелкам. Промышленный аппарат снабжен аналогичной системой автоматического регулирования, в которой предусматривается установка датчиков верхнего и нижнего уровня границы колебаний в пульсационной камере, воздействующих через вторичный прибор на клапаны разгрузки песков и подачи воды в систему аэролифтной разгрузки. В отличие от опытного образца в воздухоотделителе промышленного аппарата предусмотрен разгрузочный клапан, проходное сечение которого регулируется со щита управления.

Установка 24 колонных аппаратов с пульсационным перемешиванием диаметром 2000 мм для использования в одном из вариантов технологической схемы переработки руд Эльконского месторождения на проектируемом промышленном предприятии с производительностью до 10000 т руды в сутки была утверждена в Обосновании инвестиций № А-242-8, составленном специалистами АО «ВНИПИпромтехнологии» на основании выданных нами исходных данных [138]. В Обосновании приведены технико-экономические

показатели предлагаемых схем, откуда следует, что применение технологической схемы с использованием колонных аппаратов с пульсационным перемешиванием позволяет снизить энергозатраты на производство более чем на 30 %, общие расходы на материалы на 20-25 %, численность обслуживающего персонала на 3-5 %, а ежегодные расходы на ионообменные смолы на 60 % и более в сравнении с другими предлагаемыми вариантами переработки руд.



1 – колонный аппарат; 2 – воздухоотделитель; 3 – емкость для промывного раствора; 4 – центробежный насос; 5 – регулятор давления; 6 – расходомер; 7 – манометр; 8 – клапан

Рисунок 6.2 – Промышленный колонный аппарат диаметром 2000 м

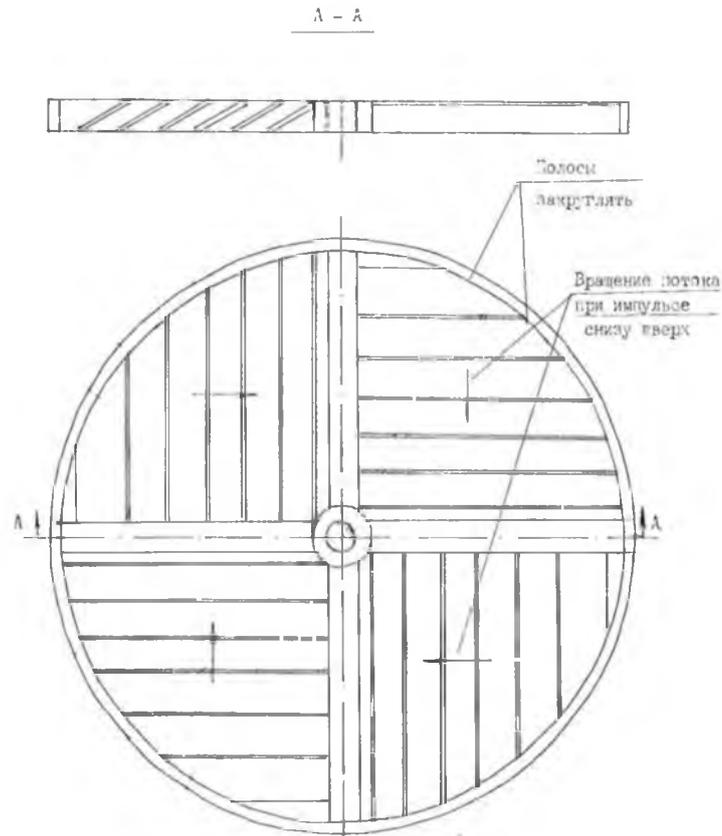


Рисунок 6.3 – Массообменная тарелка

В таблице 6.1 представлены материальный баланс процесса классификации, выделения и промывки песков и оценка эффективности классификации твердого материала и отмывки ценного растворимого вещества для промышленного аппарата.

Представляет большой практический интерес оценка затрат на приобретение ионообменных смол для сорбционной переработки пульпы. Так, например, при содержании песков класса плюс 0,1 мм около 7 % в пульпе, поступающей на операцию сорбции, потеря смолы составляет 100 г/т твердого. При средней производительности гидromеталлургического предприятия 850 тыс. т в год общие потери смолы составят $0,1 \times 850 = 85,0$ т. Стоимость ионообменной смолы, используемой в урановой промышленности (например, Purolite A500U) составляет приблизительно 1,5 млн. рублей. Таким образом, суммарные затраты на смолу в этом случае составят $85,0 \times 1,5 = 127,5$ млн. рублей. Использование колонных аппаратов позволяет снизить содержание песков в пульпе, поступающей на сорбцию, до 2-3 %. При этом средний расход смолы может составить 50-60 г/т, в результате чего экономический эффект составит до 60 млн. рублей.

Таблица 6.1 – Материальный баланс процесса классификации пульпы, выделения и промывки песков в колонном аппарате с пульсационным перемешиванием диаметром 2000 мм (интенсивность колебаний – 700 мм/мин; амплитуда колебаний 20-25 мм, частота колебаний – 35 мин⁻¹)

Исходная пульпа	Расход пульпы, м ³ /ч	20,4
	Плотность пульпы, кг/м ³	1520
	Количество твердого, т/ч	14,5
	Производительность по твердому, т/сутки	350
	Удельная производительность по твердому, т/(м ² сутки)	110
	Соотношение Ж : Т	1,14 : 1
	Плотность жидкой фазы, кг/м ³	1100
	Содержание частиц класса +0,1 мм, %	42
	Содержание урана в жидкой фазе, г/дм ³	1,52
	Содержание урана в твердой фазе, %	0,019
Расход промывной воды, м ³ /ч		32,5
Удельный расход промывной воды, м ³ /т твердого		2,2
Скорость восходящего потока промывной воды, м/ч		10,3
Верхний слив	Содержание урана в жидкой фазе, г/дм ³	0,75
	Количество твердой фазы, т/ч	7,7
	Плотность пульпы, кг/м ³	1155
	Соотношение Ж : Т	5,9 : 1
	Плотность жидкой фазы, кг/м ³	1030
	Содержание частиц класса +0,1 мм, %	~1,0
	Содержание урана в твердой фазе, %	0,024
Нижняя разгрузка	Плотность пульпы, кг/м ³	1667
	Выход твердой фазы, т/ч	6,8
	Соотношение Ж : Т	0,5 : 1
	Содержание урана в жидкой фазе, г/дм ³	0,003
	Количество частиц класса -0,074 мм, %	2,5
	Содержание урана в твердой фазе, %	0,009
Эффективность отмывки, %		99,96

6.3 Перспективы использования колонных аппаратов с пульсационным перемешиванием при гидрометаллургической переработке бериллийсодержащих руд

В настоящее время в РФ поставлена государственная задача организации производства бериллия в стране и АО «ВНИИХТ» доверена разработка технологии получения гидроксида бериллия. В связи с чем, в рамках **Федеральной целевой программы Министерства образования и науки РФ «Исследования и разработки по приоритетным направлениям развития научно-технологического комплекса России на 2014–2020 гг.»**, соглашение № 14.582.21.0008 о предоставлении субсидий, уникальный идентификатор соглашения RFMEFI58215X0008, были проведены исследования отмывки флокулированных бериллийсодержащих пульп в колонном аппарате с пульсационным перемешиванием.

В период создания для производства бериллия в г. Усть-Каменогорске (Казахстан) Ульбинского металлургического завода (АО «УМЗ») возникли серьезные проблемы с аппаратурным оформлением процессов разделения пульп и промывки осадков, образующихся после процессов вскрытия рудного концентрата. В то время отсутствовали эффективные флокулирующие реагенты и высокопроизводительные автоматизированные фильтры, которые широко используются в промышленности в настоящее время.

В отличие от трудоемких процессов вскрытия концентрата бериллия на АО «УМЗ» [139], включающих его высокотемпературную обработку, водную грануляцию плава, измельчение, сульфатизацию, выщелачивание бериллия водой и аммиачную нейтрализацию, практический интерес представляет процесс вскрытия концентрата с использованием натриевой щелочи [140, 141]. Однако пульпы после выщелачивания, характеризующиеся измельчением твердого материала до крупности минус 0,044 мм и высокой концентрацией щелочи, практически не разделяются при отстаивании без добавок флокулирующих реагентов и фильтруются с низкими показателями.

Одна из трудностей в создании нового производства бериллия состоит в том, что продукты, которые получаются на всех этапах технологического процесса, характеризуются высокой токсичностью. Это обстоятельство сдерживает и замедляет процесс создания нового производства и одновременно предполагает разработку таких технологических процессов, которые минимизируют и исключают контакт обслуживающего персонала с бериллийсодержащими продуктами от начальных этапов обогащения руд и гидрометаллургической переработки до конечных продуктов получения металлического бериллия. В Усть-Каменогорске в последние годы для разделения пульпы и промывки осадка после процесса выщелачивания используют многоступенчатую противоточную декантационную промывку с применением суспензионных отстойников [142]. Общий вид этого

аппарата [143] представлен на рисунке 6.4. В восьми таких последовательно установленных аппаратах осуществляется противоточная промывка осадка, который после промывки направляется в хвостохранилище.

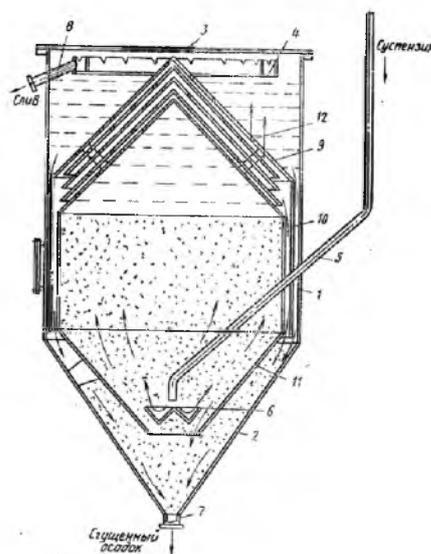


Рисунок 6.4 – Общий вид суспензионного отстойника, используемого в системе многоступенчатой противоточной промывки бериллийсодержащего осадка [143]

Подобное аппаратное оформление процесса требует минимального количества ручного труда при обслуживании оборудования. Однако недостаток этого процесса состоит в том, что разделение пульпы в осветлителях со взвешенным слоем осадка осуществляется без добавки флокулирующего реагента, что снижает скорость отстаивания твердой фазы. Вследствие этого увеличиваются площадь сечения аппаратов, их объем, а необходимость в использовании восьми аппаратов для достижения необходимой эффективности отмывки бериллия приводит к накоплению больших объемов бериллийсодержащих растворов в производстве, в результате ежедневно на хвостохранилище сбрасывается несколько сотен кубометром экологически вредных жидких отходов. Недостаток существующей схемы состоит также в том, что процесс характеризуется невысокой эффективностью отмывки бериллия (~98,4 %) [142], что ведет к его дополнительным потерям.

Для разделения пульп и промывки осадков после процесса автоклавного выщелачивания, который предполагается использовать для вскрытия бериллиевого концентрата натриевой щелочью, мы применяли известные способы и приемы – сгущение пульпы с добавками различных флокулянтов и фильтрование под вакуумом и давлением [144].

При выполнении исследований разделительных процессов применяли нетоксичный рудный материал – боксит (имитатор), схожий по своим характеристикам с рудными

материалами бериллия. Химический состав боксита месторождения Каменское (Свердловская область, РФ) представлен в таблице 6.2.

Таблица 6.2 – Химический состав боксита

№ пробы	Содержание элементов, масс. %							
	Na	Al	Fe	Cr	Mn	Si	Ca	F
1	0,82	13,58	32,72	0,116	0,022	2,04	0,500	0,250
2	0,467	22,50	19,28	0,070	0,086	2,10	0,139	0,082

В результате фильтрования под давлением пульп и промывки осадков [144], образующихся после автоклавного вскрытия боксита щелочью достигнута средняя производительность 38 кг/(м²·цикл) при среднем расходе флокулянта 28 г/т твердого. Эффективность промывки осадков в опытах контролировалась по содержанию алюминия в исходной пульпе и влаге промытого осадка. Во всех опытах при относительно небольших расходах промывной воды эффективность отмывки составила 99,80 %.

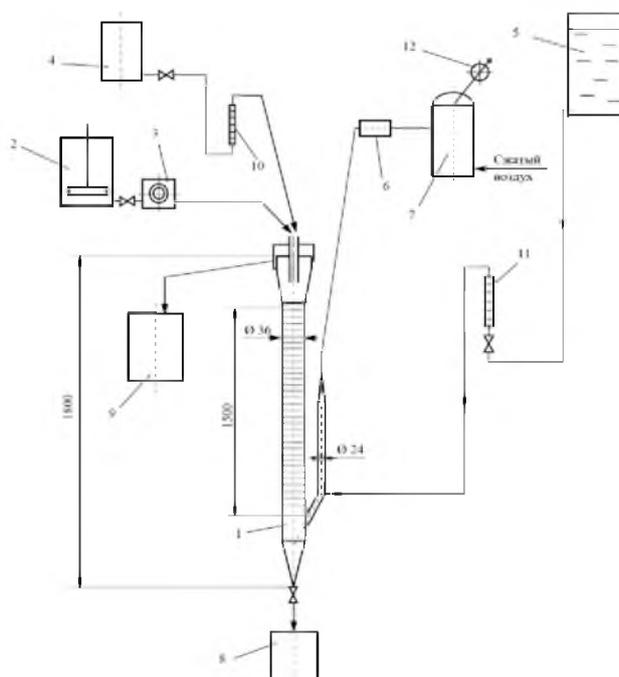
Значительное улучшение процессов разделения пульп было достигнуто при одновременном добавлении СаО в количестве 20 % к массе боксита на операции выщелачивания и использования флокулирующих реагентов для сгущения пульп, получающихся после вскрытия боксита.

Следует отметить, что предложенные [144] технические решения организации разделительных процессов, полученных после выщелачивания бериллиевых пульп, включающие процессы сгущения пульпы и фильтрования сгущенного осадка, можно отнести к числу эффективных и снижающих риск контактирования персонала с токсичными продуктами. Вместе с тем такой контакт полностью не исключается, его возможность сохраняется при экипировке фильтра фильтровальной тканью, зачистке фильтровальной ткани при снятии осадка с полотна, при ремонте оборудования, насосов и т.п.

К числу более совершенных технических решений для осуществления процессов разделения пульпы и промывки осадка следует отнести возможность использования колонного аппарата с пульсационным перемешиванием. В колонном аппарате, секционированном массообменными тарелками, при наложении пульсаций на материальные потоки осаждающейся обязательно сфлокулированной пульпы и восходящей промывной жидкости представляется возможным осуществить процесс разделения пульпы и промывки осадка, полученных после процесса автоклавного выщелачивания бериллия. Только лишь обязательный процесс флокуляции тонкодисперсной твердой фазы и проведения процесса при относительно небольшой интенсивности пульсаций ~450-500 мм/мин, исключаящей

разрушение флоккул, позволят осуществить процесс разделения пульпы и промывки осадка в колонном аппарате, где полностью исключается контакт персонала с токсичными продуктами.

В силу вышесказанного проведены исследования процесса разделения пульпы и промывки с использованием колонного аппарата. Для этого сгущенные пульпы боксита и медного концентрата (имитаторы) с соотношением $Ж : Т = 3 : 1$, полученные после процесса выщелачивания, подавали в колонный аппарат на операцию промывки. Для процесса промывки использовался колонный аппарат с пульсационным перемешиванием диаметром 36 мм с высотой рабочей зоны 1,5 м, секционированной контактными массообменными тарелками (всего 50 тарелок) с площадью проходного сечения 20 %, и наложением на поток пульсаций с интенсивностью колебаний 450 мм/мин. Схема установки представлена на рисунке 6.5.



- 1 – колонный аппарат; 2 – реактор с исходной пульпой; 3 – перистальтический насос;
 4 – емкость для 0,1 % раствора флокулянта; 5 – емкость для промывной воды;
 6 – пульсатор; 7 – ресивер; 8 – емкость для промытого осадка;
 9 – емкость для товарного раствора; 10, 11 – ротаметр; 12 – манометр

Рисунок 6.5 – Схема установки, включающей колонный аппарат с пульсационным перемешиванием для разделения пульпы и промывки осадка

Исходная пульпа из емкости 2 с перемешивающим устройством перистальтическим насосом 3 подавалась в колонный аппарат 1. Сюда же из емкости 4 через ротаметр 10 поступал 0,1 % раствор флокулянта. При смешении пульпы и флокулянта в верхней камере аппарата 1

образовывались флоккулы, которые осаждались в рабочей секционированной камере аппарата. В аппарате при восходящем движении промывного раствора и наложении возвратно-поступательных колебаний осуществлялся процесс контактирования флокул и промывного раствора по всей высоте рабочей части аппарата и переход растворимого вещества из объема флокул в раствор. Маточный и обогащенный промывной раствор выводятся в аппарат 9, а промытый осадок плотностью 1430-1450 кг/м³ разгружается в емкость 8.

Результаты процесса промывки осадка в колонном аппарате с пульсационным перемешиванием представлены в таблице 6.3.

Таблица 6.3 – Результаты процесса отмывки растворимых веществ от осадка в колонном аппарате с пульсационным перемешиванием (интенсивность колебаний – 450 мм/мин)

№ опыта	Расход исходной пульпы, см ³ /мин	Удельный расход воды, м ³ /т	Содержание Cu, г/дм ³		Эффективность отмывки, %	Удельная производительность, т/(м ² сутки)
			в исходной пульпе	во влаге промытого осадка		
1	50	2,0	1,82	0,010	99,7	21,0
2	25	4,0	1,81	0,057	99,0	10,0
3	25	4,0	3,66	0,154	98,4	10,0
4*	50	1,5	37,4	0,562	99,4	17,3

* – в опыте № 4 отмывку контролировали по содержанию Al, г/дм³

В опытах № 1-3 в качестве исходной использовали пульпу, полученную в результате смешения флотационного медесодержащего концентрата с раствором серной кислоты 5 г/дм³ и медного купороса. В качестве флокулирующего реагента использовали 0,1 % раствор флокулянта Praestol 2500 с расходом 185 г/т твердого. Отмывку контролировали по содержанию Cu в растворе.

В опыте № 4 в качестве исходной использовали сгущенную пульпу, полученную в результате щелочного вскрытия бокситового концентрата в автоклаве. В качестве флокулирующего реагента использовали 0,1 % раствор флокулянта Alclar-600 с расходом 30-35 г/т твердого. В результате при удельном расходе промывной воды 1,5 м³/т твердого достигнуты эффективность отмывки 99,4 % и удельная производительность 17,3 т/(м²сутки).

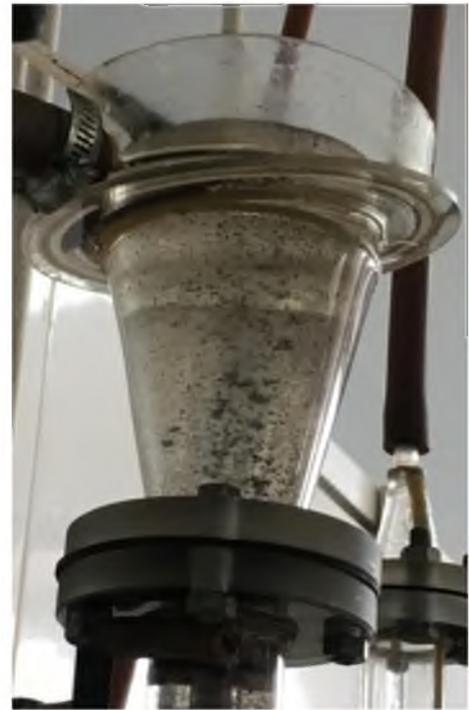
Внешний вид отдельных узлов аппарата показан на рисунке 6.6. Из рисунка 6.6 видно, что образующиеся достаточно крупные и прочные флоккулы сохраняют свою структуру при наложении пульсаций по высоте всего колонного аппарата.

Промытую пульпу в колонном аппарате фильтровали под давлением 0,2 МПа на фильтре с поверхностью фильтрования 0,001 м², с целью получения отвального промытого осадка. Пульпу фильтровали и промывали при температуре 20 °С со средней производительностью

~20 кг/(м²·цикл). При удельном расходе промывной воды 1,4 м³/т твердого эффективности промывки осадка составила 98,5 %.



а)



б)

а) нижняя отстойная камера: видны флоккулы и стуженный слой нижней разгрузки;
б) верхняя отстойная камера: видны флоккулы, поступающие в колонный аппарат

Рисунок 6.6 – Внешний вид узлов колонного аппарата во время работы

Для подтверждения ранее [144] достигнутых результатов фильтрования боксита были проведены укрупненные лабораторные исследования процесса разделения пульпы, полученных после щелочного вскрытия бериллийсодержащего продукта. Пульпы фильтровали под давлением 0,05 МПа на фильтре с поверхностью фильтрования 0,005 м².

Средние показатели процесса составили: расход флокулянта Alclag-600 200 г/т твердого, удельная производительность процесса фильтрования – 25,2 кг/(м²·цикл), удельный расход промывной воды – 1,5 м³/т твердого, влажность кека – 26,3 %, эффективность промывки осадков составила 99,30 %.

Стоит отметить, что бериллийсодержащие пульпы при прочих одинаковых условиях фильтровались с более высокими показателями, чем бокситовые пульпы (имитатор), таким образом, можно ожидать, что полученные в ходе работ на имитаторе результаты по фильтрованию и промывке пульпы нижней разгрузки колонного аппарата также будут выше для бериллиевого производства.

Таким образом, в ходе проведенных исследований впервые получены результаты процесса разделения пульпы боксита и противоточной промывки осадка в колонном аппарате с пульсационным перемешиванием диаметром 36 мм и высотой 1,8 м при интенсивности колебаний 450 мм/мин, добавке к пульпе флокулянта со средним расходом 32 г/т твердого. В процессе получена удельная производительность 17,3 т/(м²сутки), достигнута эффективность отмывки 99,40 % при удельном расходе промывной воды 1,5 м³/т твердого. При фильтровании промытой флокулированной пульпы под давлением 0,2 МПа удельная производительность составила 20 кг/(м²·цикл). При среднем удельном расходе промывной воды 1,5 м³/т твердого при последующей промывке на фильтре достигнута суммарная эффективность отмывки растворимых веществ от осадков 99,99 %.

На основании полученных результатов разработана двухступенчатая аппаратурно-технологическая схема разделения пульпы и промывки осадка бериллия в колонном аппарате с пульсационным перемешиванием и фильтрованием и повторной промывкой сгущенной пульпы под давлением с использованием камерно-мембранного фильтра. Применение такой схемы позволит обеспечить эффективность отмывки от бериллия 99,90 % и более за счет отмывки бериллия на первой ступени в колонном аппарате и промывки осадка на фильтре с отжимными мембранами на второй ступени. Применение такой схемы позволит полностью исключить потери бериллия на операции разделения пульпы и снизить до минимума контактирование персонала с бериллийсодержащим продуктом.

Выводы по главе 6

1 Рассмотрены перспективы использования колонных аппаратов с пульсационным перемешиванием в гидрометаллургии урана, цветных и редких металлов.

2 Выданы исходные данные на проектирование промышленных аппаратов диаметром 2000 мм для эксплуатации на проектируемом промышленном предприятии с производительностью до 10000 т в сутки. Применение технологической схемы с использованием колонных аппаратов с пульсационным перемешиванием позволяет снизить энергозатраты на производство более чем на 30 %, общие расходы на материалы на 20-25 %, численность обслуживающего персонала на 3-5 %, а ежегодные расходы на ионообменные смолы на 60 %.

3 Технологическая схема, предусматривающая использование колонных аппаратов для промывки осадков от бериллийсодержащих продуктов, позволит повысить эффективность промывки с 98,40 до 99,99 %.

Общие выводы

1 Приведен обзор существующих методов подготовки пульп, полученных после выщелачивания, к процессу сорбции. Приведены примеры промышленной реализации и аппаратного оформления традиционных способов разделения твердой фазы по классу крупности и отмывки ценных растворимых веществ от песков в системе гидроциклонов и спиральных классификаторов. Обоснованы заметные преимущества предлагаемого способа классификации твердого материала, выделения и промывки песков в колонном аппарате с пульсационным перемешиванием перед ранее применявшимися методами.

2 Дано научное обоснование применению процесса разделения в пульсационных колоннах для решения задачи гидравлической классификации продуктов выщелачивания с одновременной отмывкой содержащихся в них ценных растворимых веществ.

3 На основании теоретических и экспериментальных исследований предложен новый режим классификации и промывки пульпы автоклавного выщелачивания в пульсационной колонне, с использованием накопленного плотного слоя песков, что позволяет достичь эффективности отмывки ценных растворимых веществ 99,9 %, снизить потери урана с отвальными песками за счет уменьшения его содержания в жидкой фазе до $0,001 \text{ г/дм}^3$, а также сократить до 5 % содержание песков класса плюс 0,1 мм в пульпе, поступающей на сорбцию, и, тем самым, снизить потери сорбента и износ оборудования вследствие абразивного воздействия песков крупностью плюс 0,1 мм.

4 Установлено, что наивысший показатель эффективности процесса, соответствующий наименьшему количеству песков в сливе и ценных растворимых веществ в нижнем продукте классификации, достигается при работе аппарата с заданной высотой плотного слоя песков и поддержании интенсивности пульсаций в интервале значений 650-750 мм/мин.

5 Предложен и обоснован новый критерий разделительных процессов – обобщенная функция оптимизации процесса гидравлической классификации с одновременной отмывкой ценных растворимых веществ, позволяющая производить обоснованный выбор и оптимизацию технологических параметров.

6 Установлена зависимость содержания частиц класса плюс 0,1 мм в сливе от основных параметров процесса, что позволило вывести эмпирическое уравнение для прогнозирования оптимальных условий гидравлической классификации пульп с одновременной отмывкой ценных растворимых веществ.

7 Обнаружена и экспериментально доказана взаимосвязь между высотой плотного слоя песков в рабочей зоне аппарата и границей колебаний в пульсационной камере, на

основании чего разработан новый способ автоматического управления и контроля процесса классификации и промывки в колонном аппарате, работающем в режиме накопления и поддержания плотного слоя песков.

8 Проведены полупромышленные испытания, и подтверждена эффективность разработанной технологии подготовки пульпы к сорбционной переработке на основе использования колонных аппаратов с пульсационным перемешиванием.

9 Усовершенствована методика расчета высоты промышленного колонного аппарата с пульсационным перемешиванием на основе экспериментальных данных и уравнений массообменных процессов в системе жидкость-жидкость, которая учитывает наличие в аппарате зон с различной объемной концентрацией твердого материала.

10 Выданы исходные данные на проектирование промышленных аппаратов диаметром 2000 мм для эксплуатации на проектируемом промышленном предприятии по переработке руд Эльконского месторождения с производительностью до 10000 т в сутки. Применение технологической схемы с использованием колонных аппаратов с пульсационным перемешиванием позволяет снизить энергозатраты на производство более чем на 30 %, общие расходы на материалы на 20-25 %, численность обслуживающего персонала на 3-5 %. Экономический эффект, связанный с уменьшением содержания песков в пульпе, поступающей на сорбцию, за счет использования колонных аппаратов, что, по прогнозам, позволит снизить расход ионообменных смол со 100 г/т до 50-60 г/т, может составить до 60 млн. рублей.

11 Рассмотрена перспектива использования колонных аппаратов с пульсационным перемешиванием на операции промывки осадков при гидрометаллургической переработке бериллийсодержащего сырья, что позволит увеличить эффективность отмывки бериллия с 98,40 % до 99,99 %.

12 Основные цели, поставленные в работе, были достигнуты, тем не менее, имеются пути дальнейшего совершенствования исследований. В частности в настоящее время в научной литературе отсутствуют сведения о контактных устройствах, применяемых в процессе классификации твердого материала, выделения и промывки песков, которые позволяют определить коэффициенты продольного перемешивания соответственно дисперсной E_d и сплошной E_c фаз. В работе эти показатели принимались с запасом. Полученные же в ходе промышленных испытаний значения могут внести некоторые коррективы в расчет высоты рабочей зоны промышленных аппаратов.

Список условных обозначений

- A – амплитуда колебаний, мм;
- $C_{\text{тв}}$ – содержание твердого материала в пульпе, г/см³;
- $D_{\text{к}}$ – диаметр колонного аппарата, мм;
- E – эффективности отмывки ценного компонента/эффективность промывки песков, %;
- E_c – коэффициент продольного перемешивания в сплошной фазе, см²/с;
- E_d – коэффициент продольного перемешивания в дисперсной фазе, см²/с;
- $E_{\text{к}}$ – эффективность классификации, %;
- f – частота колебаний, мин⁻¹;
- H_p – высота рабочей зоны колонного аппарата, секционированной массообменными тарелками, м;
- h_x – высота единицы переноса, м;
- h'_x – кажущаяся высота единицы переноса, учитывающая влияние продольного перемешивания фаз, м;
- I – интенсивность колебаний, мм/мин;
- T – масса твердой фазы в пульпе, г;
- $T_{\text{пх}}$ – число единиц переноса;
- V – расход промывного раствора, см³/мин;
- $V_{\text{ж}}$ – объем жидкой фазы, см³;
- $V_{\text{п}}$ – объем пульпы, см³;
- $V_{\text{т}}$ – объем твердой фазы, см³;
- X_n – концентрация ценного растворимого вещества во влаге исходной пульпы, г/см³;
- $X_{\text{к}}$ – концентрация ценного растворимого вещества во влаге промытых песков, г/см³;
- $Y_{\text{к}}$ – концентрация ценного растворимого вещества во влаге верхнего слива, г/см³;
- Y_n – концентрация ценного растворимого вещества в исходном промывном растворе, г/см³;
- $\gamma_{\text{ж}}$ – плотность жидкой фазы, кг/м³;
- $\gamma_{\text{п}}$ – плотность пульпы, кг/м³;
- $Ж$ – масса жидкой фазы в пульпе, г.

Список литературы

- 1 Петров, Н.Н. Урановые месторождения Казахстана [Текст] / Н.Н. Петров, Б.Р. Берикболов, Х.Б. Аубакиров. – Алматы: Гылым, 2008. – 318 с.
- 2 Uranium Mining Overview [Электронный ресурс] / World Nuclear Association. – Режим доступа: <http://www.world-nuclear.org/information-library/nuclear-fuel-cycle/mining-of-uranium/uranium-mining-overview.aspx>. – (Дата обращения 04.11.2016).
- 3 Analysis of uranium supply to 2050 [Text]. – Vienna: IAEA, 2001. – 103 p.
- 4 Об утверждении государственной программы «Развитие промышленности и повышение её конкурентоспособности» [Текст]: постановление Правительства РФ от 15 апреля 2014 года №328 // Собрание законодательства. – 2014. – № 18 – ст. 2173.
- 5 World Distribution of Uranium Deposits with Uranium deposits classification [Text]. – Vienna: IAEA, 2009. – 117 p.
- 6 Гор-Лесси, Я. Ядерное электричество [Текст]: монография / Ян Гор-Лесси; перевод с англ. В.С. Малышевского. – Ростов-на-Дону: ОАО «Ростиздат», 2002. – Перевод изд.: Nuclear Electricity / Ian Hore Lacy, Melbourne, 2000. – ISBN 0-9593829-8-4.
- 7 Тарханов, А.В. Современное состояние российской и мировой сырьевой базы урана [Текст] / А.В. Тарханов // ВНИИХТ – 60 лет. Юбилейный сборник трудов. – М.: ООО «Леонард-Дизайн», 2011. – С. 33-39.
- 8 Мировая добыча урана в 2011 году – данные WNA [Электронный ресурс] / AtomInfo.Ru. – Режим доступа: <http://www.atominfo.ru/newsaj0956.htm> – (Дата обращения: 01.06.2016).
- 9 Uranium 2014: Resources, Production and Demand [Text]. – Paris; Vienna: Nuclear Energy Agency; IAEA, 2014. – 506 p.
- 10 Уран российских недр [Текст] / под ред. Г.А. Машковцева. – М.: ВИМС, 2010.
- 11 Минеральное сырье. Уран [Текст]: справочник / Я.М. Кисляков [и др.]; науч. ред. А.Н. Еремеев, П.Е. Остапенко; М-во природ. ресурсов Рос. Федерации. – М.: Геоинформмарк, 1997. – 70 с.
- 12 Геотехнология урана на месторождениях Казахстана [Текст] / В.Г. Язиков [и др.]; под ред. В.Г. Язикова. – Алматы: ТОО «Эверон», 2001. – 442 с.
- 13 Горно-химические технологии добычи урана [Текст] / В.В. Кротков [и др.]; под ред. В.В. Кроткова. – М.: ГЕОС, 2001. – 368 с.
- 14 Бизнес в ресурсодобывающих отраслях [Текст]: справочник / М.В. Шумилин [и др.]; под ред. М.В. Шумилина. – М.: ООО «Недра-бизнесцентр», 2001. – 268 с.

15 Dahlkamp, F.J. Uranium Ore Deposits [Text] / F.J. Dahlkamp. – Berlin: Springer-Verlag Berlin and Heidelberg GmbH & Co, 2010. – 472 p.

16 Живов, В.Л. Уран: геология, добыча, экономика [Текст] / В.Л. Живов, А.В. Бойцов, М.В. Шумилин. – М.: РИС «ВИМС», 2012. – 304 с.

17 Варвара, О.В. Элькон – новый урановый проект мирового уровня [Текст] / О.В. Варвара, В.А. Болдырев, В.П. Карамушка // ВНИИХТ – 60 лет. Юбилейный сборник трудов. – М.: ООО «Леонард-Дизайн», 2011. – С. 103-108.

18 Маслов, А.А. Технология урана [Текст]: учебное пособие / А.А. Маслов, Г.В. Каляцкая, Г.Н. Амелина. – Томск: Изд. «Томский политехнический университет (ТПУ)», 2007. – 97 с.

19 Зефирова, А.П. Заводы по переработке урановых руд в капиталистических странах [Текст] / А.П. Зефирова, Б.В. Невский, Г.Ф. Иванов. – М.: Госатомиздат, 1962. – 372 с.

20 Аппаратурное оформление технологических процессов на предприятиях по переработке уранового сырья [Текст]: обзор / Ю.В. Смирнов, З.И. Ефимова, Д.И. Скороваров [и др.] // Атомная техника за рубежом. – 1974. – № 4. – С. 9-24.

21 Интегрированный годовой отчет АО «Атомредметзолото» 2015 [Электронный ресурс] – Режим доступа: http://www.armz.ru/media/File/facts/2016/armz_annual_report_2015.pdf. – (Дата обращения: 06.08.2016).

22 Аккерман, Ю.Э. Справочник по обогащению руд. Подготовительные процессы [Текст] / Ю.Э. Аккерман, Г.Б. Букаты. – М.: Недра, 1982. – 367 с.

23 Направления основных исследований и разработок в области гидрометаллургии урана. Ч. 1 [Текст]: обзор / Ю.В. Смирнов, З.И. Ефимова, И.Д. Соколова [и др.] // Атомная техника за рубежом. – 1982. – № 1. – С. 3-9.

24 Усовершенствованные технология и аппараты для урановых гидрометаллургических заводов. Ч. 1. Процессы и аппараты для выщелачивания урана, выделения ураносодержащего раствора и его осветления. [Текст]: обзор / Ю.В. Смирнов, З.И. Ефимова, И.Д. Соколова [и др.] // Атомная техника за рубежом. – 1982. – № 10. – С. 3-6.

25 Разработка и внедрение новых методов в области добычи и переработки уранового сырья [Текст] / Ю.В. Смирнов, З.И. Ефимова, Д.И. Скороваров [и др.] // Атомная техника за рубежом. – 1979. – № 5. – С. 14-23.

26 Вольдман, Г.М. Теория гидрометаллургических процессов [Текст] / Г.М. Вольдман, А.Н. Зеликман. – М.: Металлургия, 1993. – 400 с. – С. 275-276.

27 Ласкорин, Б.Н. Современное состояние и перспективы развития гидрометаллургических процессов [Текст] / Б.Н. Ласкорин // Гидрометаллургия. Автоклавное выщелачивание, сорбция, экстракция. – М.: Наука, 1976. – 264 с. – с. 7-19.

28 Гидрометаллургическая переработка уранорудного сырья [Текст] / Под ред. Д.И. Скороварова – М.: Атомиздат, 1979. – 280 с.

29 Эрлих, Р.П. Современное состояние и перспективы развития процесса разделения фаз [Текст] / Р.П. Эрлих, Д.А. Далстром // Гидрометаллургия [перевод с англ.]. – М.: Metallurgia, 1978. – 464 с. – С. 389-401.

30 Громов, Б.В. Состояние и перспективы использования сорбционных процессов в гидрометаллургии [Текст] / Б.В. Громов // Гидрометаллургия. Автоклавное выщелачивание, сорбция, экстракция. – М.: Наука, 1976. – 264 с. – С. 74-86.

31 Ритсей, Г.М. Сравнение и технико-экономическая оценка непрерывных сорбционного и экстракционного методов извлечения урана из пульпы [Текст] / Г.М. Ритсей, М.Дж. Слейтер, Б.Х. Лукас // Гидрометаллургия [перевод с англ.]. – М.: Metallurgia, 1978. – 464 с. – С. 417-453.

32 Акопов, М.Г. Применение гидроциклонов при обогащении углей [Текст] / М.Г. Акопов, В.И. Классен. – М.: Госгортехиздат, 1960. – 128 с.

33 Тураев, Н.С. Химия и технология урана [Текст]: учебное пособие для вузов / Н.С. Тураев, И.И. Жерин. – М.: ЦНИИАТОМИНФОРМ, 2005. – 407 с.

34 Hoben, L. South Texas uranium mill Uniquely Modern in facilities [Text] / L. Hoben // Mines magazine. – 1962. – V. 53. – № 2. – P. 19.

35 Олевский, В.А. Конструкции и расчет механических классификаторов и гидроциклонов [Текст] / В.А. Олевский. – М.: Госгортехиздат, 1960. – 312 с.

36 Ревнивцев, В.И. Методика технологического расчета гидроциклона для классификации песчанно-глинистых пульп [Текст] / В.И. Ревнивцев, В.В. Клячин, И.А. Каковский // Известие вузов. Горный журнал. – 1962. – № 4. – С. 43-48.

37 Определение содержания тонкого класса в продуктах гидроциклона по содержанию твердого [Текст] / В.И. Ревнивцев [и др.] // Обогащение руд. – 1960. – № 1.

38 Брук, О.Л. Процессы промывки осадков [Текст] / О.Л. Брук. – М.: Недра, 1973. – 216 с.

39 Dayton, S.H. \$20,000,000 face lifting forges new era for Pacific Coast Borax [Text] / S.H. Dayton // Mining World. – 1957. – V. 19. – № 7 – P. 36-45.

40 Cloete, F.L.D. The Relix process for the resin-in-pulp recovery of uranium [Text] / F.L.D. Cloete // Journal of the South Africa Institute of mining and metallurgy. – 1981. – № 3. – P. 66-73.

41 McLemore, V. Uranium resources in New Mexico [Text]: preprint / V. McLemore // SME Annual Meeting. – Denver: [s.n.], 2007. – 13 p.

42 Chemical Engineering [Text]: new contactor unravels difficult ore / Elsevier. – 1959. – V. 66. – № 9. – P. 52

43 Huttle, J.B. U_3O_8 production now under way at Ambrosia lake district [Text] / J.B. Huttle // Engineering and Mining Journal. – 1958. – V. 159. – № 7. – P. 87-92.

44 Argall, G.O. How Anaconda recovers U_3O_8 from sand-stone ore at Bluewater Mill [Text] / G.O. Argall // Mining World. – 1956. – V. 18. – № 11. – P. 47.

45 Peterson, E.C. Uranium milling at the Blue Water plant [Text] / E.C. Peterson, D.C. Mathews // Mining Congress Journal. – 1957. – V. 43. – № 66.

46 Izzo, T. Moab mill starts making U_3O_8 cake [Text] / T. Izzo, L. Painter, R. Chelminski // Engineering and Mining Journal. – 1957. – V. 158. – № 1. – P. 90-98.

47 Пейнтер, Л.А. Процесс получения урана методом сорбцией из пульпы на заводе Моаб (Юта) [Текст] / Л.А. Пейнтер, Т.Ф. Иззо // Труды Второй международной конференции по мирному использованию атомной энергии. Избранные доклады иностранных ученых. Том 7. Технология атомного сырья. – М.: Атомиздат, 1959.

48 Extraction of uranium from acid leached pulps by jigged bed ion exchange [Text] / T.V. Arden, J.B. Davis, G.L. Herwig [et al.] // Proceedings of the second United Nation Conference peaceful uses of Atomic Energy. – 1958. – V. 3. – P. 396.

49 Hester, K.D. Rio Algom expands plant at Elliot Lake [Text] / K.D. Hester // Mining Magazine. – 1979. – № 5. – P. 396-405.

50 Argall, G.O. How rare metals new mill recovers U_3O_8 from Arizona's painted desert [Text] / G.O. Argall // Mining World. – 1956. – V. 18. – № 9. – P. 68-73.

51 Hazen, W.C. Solvent extraction of uranium at Shiprock [Text] / W.C. Hazen, A.V. Henrickson // Mining Engineering. – 1957. – V. 9. – № 9.

52 The mines magazine [Text]: news of the minerals industries / Colorado School of Mines. – 1960. – V.50. – № 1. – P. 6.

53 Forward, F.A. Studies in the carbonate leaching of uranium ores [Text] / F.A. Forward, J. Halpern, E. Peters // Bulletin Canadian Institute of mining metals. – 1953. – V. 56. – № 344.

54 Малиновская, Т.А. Промывка высокодисперсных суспензий [Текст] / Т.А. Малиновская, В.В. Фурниченко, В.В. Рейнфарт // Труды ленинградского научно-исследовательского и проектного института основной химической промышленности. – Ленинград: [б. и.], 1977. – Вып. 29. – С.28-33.

55 Малиновская, Т.А. Разделение суспензий в промышленности органического синтеза [Текст] / Т.А. Малиновская. – М.: Химия, 1983. – 318 с.

56 Малиновская, Т.А. Промывка осадков органических полупродуктов и красителей в колонных аппаратах [Текст] / Т.А. Малиновская, В.В. Рейнфарт, И.А. Якубович // Химическая промышленность. – 1978. – № 5. – С.61-63.

57 Малиновская, Т.А. Промывка флокулированных пигментов в противоточной колонне [Текст] / Т.А. Малиновская, В.В. Фурниченко, В.В. Рейнфарт // Химическая промышленность. – 1979. – № 12. – С. 37-40.

58 Якубович, И.А. Разделение и промывка осадков в колонне со взвешенным слоем [Текст] / И.А. Якубович, Е.П. Тюфтин, В.А. Толкачев // Химическое и нефтяное машиностроение. – 1970. – № 9. – С.14-15.

59 Тюфтин, Е.П. Промывка гидрометаллургических пульп [Текст] / Е.П. Тюфтин. – М.: Металлургия, 1970. – 224 с.

60 Höll, W. Untersuchungen zur kinetik der regeneration schwach saurer ionenaustauscher [Text] / W. Höll, H. Sontheimer // Chemie Ingenieur Technik. – 1975. – Bd 47. – № 14. – S. 615-616.

61 Кузькин, С.Ф. Синтетические флокулянты в процессах обезвоживания [Текст] / С.Ф. Кузькин, В.П. Небера. – М.: Гостоптехиздат, 1963. – 244 с.

62 Разделение суспензий в химической промышленности [Текст] / Т.А. Малиновская, И.А.Кобринский, О.С. Кирсанов, В.В. Рейнфарт. – М.: Химия, 1983. – 264 с. – С. 66-70.

63 Пульсационная техника [Текст]: доклады 2 Всесоюзной конференции «Пульсационная аппаратура в народном хозяйстве» / под ред. С.М. Карпачевой. – М.: Энергоиздат, 1983. – 100 с.

64 Карпачева, С.М. Записки советского инженера [Текст] / С.М. Карпачева. – М.: ПАИМС, 2001. – 218 с.

65 Карпачева, С.М. Основы теории и расчета горизонтальных пульсационных аппаратов и пульсаторов [Текст] / С.М. Карпачева, Л.С. Рагинский, В.М. Муратов. – М.: Атомиздат, 1981. – 192 с.

66 Карпачева, С.М. Пульсационная аппаратура в химической технологии [Текст] / С.М.Карпачева, Б.Е.Рябчиков. – М.: Химия, 1983. – 224 с.

67 Определение коэффициента моделирования эффективности экстракционной пульсационной колонны диаметром 1500 мм с насадкой КРИМЗ [Текст] / С.М. Карпачева, Е.И. Захаров, В.Н. Кошкин [и др.] // Журнал прикладной химии. – 1974. – Т. 47. – № 4. – С. 806-811.

68 Карпачева, С.М. Исследование гидродинамики и эффективности работы пульсационных колонн с насадкой КРИМЗ [Текст] / С.М. Карпачева, Е.И. Захаров, Л.П. Хорхорина // Химическая промышленность. – 1973. – № 2. – С. 59-63.

69 Применение пульсационных колонн для непрерывной противоточной промывки осадков [Текст] / В.П. Крутовский, С.М. Карпачева, В.М. Муратов [и др.] // Пульсационная аппаратура в народном хозяйстве. Ч. III. Пульсационные реакторы различного назначения. – М.: Атомиздат, 1979. – С.58-70.

70 Пульсационная аппаратура. Серия ХМ-1 «Химическое и нефтеперерабатывающее машиностроение» [Текст] / С.М. Карпачева, Л.С. Рагинский, В.М. Муратов, Е.И. Захаров. – М.: ЦИНТИхимнефтемаш, 1971. – 68 с.

71 Новые конструкции пульсаторов [Текст] / Л.С. Рагинский, Р.Ш. Менглишев, И.В. Жоголев [и др.] // Вопросы атомной науки и техники. Серия: Машины, аппараты, средства механизации и автоматизации производственных процессов. Выпуск 1 (41) «Пульсационная аппаратура». – М.: ЦНИИАтоминформ, 1972. – С. 7-12.

72 Противоточная отмывка твердых частиц в колонне с распределительной насадкой [Текст] / С.М. Карпачева, В.Ф. Абрамкин, Е.И. Захаров [и др.] // Вопросы атомной науки и техники. Серия: Машины, аппараты, средства механизации и автоматизации производственных процессов. Выпуск 1 (41) «Пульсационная аппаратура». – М.: ЦНИИАтоминформ, 1972. – С. 92-96.

73 А.с. 175489 СССР, МПК В01Д 11/04. Насадка для экстракционных колонн [Текст] / С.М. Карпачева, Л.С. Рагинский, Е.И. Захаров, В.М. Муратов, А.В. Романов (СССР). – № 713922/23-4; заявл. 06.12.1961; опубл. 09.10.1965, Бюл. № 20. – С.9-10.

74 Исследование продольного перемешивание и поперечной неравномерности в пульсационных колоннах с насадкой КРИМЗ диаметром 200 и 1500 мм [Текст] / С.М. Карпачева, Е.И. Захаров, В.Н. Кошкин [и др.] // Журнал прикладной химии. – 1974. – Т.47. – № 2. – С. 315-318.

75 А.с. 312442 СССР, МПК В01Д 53/20. Насадка для пульсационных и вибрационных аппаратов [Текст] / И.Я. Городецкий, А.А. Винтер, В.М. Олевский, Р.П. Левитанайте, Б.С. Смоленский, Л.А. Легочкина, Е.Ф. Кузьмичев, А.В. Заречнова, Э.С. Богачева, П.Т. Лупанов (СССР). – № 1445951/23-26; заявл. 09.07.1970; опубл. 17.04.1973, Бюл. № 18. – С. 174-175.

76 А.с. 279578 СССР, МПК В01Д 11/00. Насадка для пульсационных массообменных аппаратов [Текст] / Г.А. Пелымский, Г.А. Тропман, Т.С. Головачева, Г.Л. Пашкова, Е.П. Пустовой, В.П. Бондарев (СССР). – № 1301443/23-26; заявл. 30.01.1969; опубл. 26.08.1970, Бюл. № 27. – С. 22.

77 Опыт промышленного освоения колонных аппаратов с пульсирующим перемешиванием в процессах промывки флокулированных осадков [Текст] / С.М. Карпачева,

И.А. Якубович, В.А. Толкачев [и др.] // Химическая промышленность. – 1981. – № 7. – С. 40-41.

78 А.с. 540643 СССР, МПК В01D 3/18. Контактная тарелка [Текст] / И.А. Якубович, В.А. Толкачев, Л.А. Руденко, А.А. Аксенов, Ю.Ф. Коровин, Б.А. Гусев, А.И. Скрипин (СССР). – № 1979156/26; заявл. 24.12.1973; опубл. 30.12.1976, Бюл. № 48.

79 А.с. 175489 СССР, МПК В01D 11/04. Насадка для пульсационной колонны [Текст] / С.М. Карпачева, Л.С. Рагинский, Е.И. Захаров, В.М. Муратов, А.В. Романов (СССР). – № 713922/23-4; заявл. 06.12.1961; опубл. 09.10.1965, Бюл. № 20. – С.18.

80 Разработка и применение пульсационных колонн в производстве вольфрамового ангидрида на УзКТЖМ [Текст] / В.К. Румянцев, Ю.С. Жилин, С.М. Карпачева [и др.] // Пульсационная аппаратура в народном хозяйстве. Ч. III. Пульсационные реакторы различного назначения. – М.: Атомиздат, 1979. – С. 30-34.

81 Технологические исследования процесса противоточной промывки флокулированных пульп в пульсационной колонне с насадкой КРИМЗ [Текст] / Ю.С. Жилин, А.К. Батуров, А.С. Дудин [и др.] // Пульсационная аппаратура в народном хозяйстве. Ч. III. Пульсационные реакторы различного назначения. – М.: Атомиздат, 1979. – с. 35-41.

82 Исследование процесса промывки сополимеров на основе винилхлорида с применением пульсационных колонн [Текст] / Б.Н. Хохлов, Э.П. Рыбкин, В.Л. Петрунов [и др.] // Пульсационная аппаратура в народном хозяйстве. Ч. III. Пульсационные реакторы различного назначения. – М.: Атомиздат, 1979. – С. 42-47.

83 Противоточные и прямоточные сорбционные аппараты [Текст] / С.М. Карпачева, Е.И. Захаров, В.Н. Кошкин [и др.] // Экстракция и сорбция в металлургии молибдена, вольфрама и рения. – М.: Цветметинформация, 1971. – С. 182-193.

84 Карпачева, С.М. Основные показатели и анализ гидродинамической структуры потоков в пульсационных сорбционных колоннах [Текст] / С.М. Карпачева, В.Н. Кошкин, Е.И. Захаров // Теоретические основы химической технологии. – 1976. – Т. 10. – № 1. – С. 146-149.

85 Использование пульсационного оборудования для процессов отмывки ионитов от десорбатов [Текст] / Е.И. Захаров, А.Ю. Сахаров, Л.М. Калинин [и др.] // Пульсационная аппаратура в народном хозяйстве. Ч. III. Пульсационные реакторы различного назначения. – М.: Атомиздат, 1979. – С. 47-52.

86 Толкачев, В.А. Использование взвешенного слоя осадка для разделительных процессов в гидрометаллургии урана и других металлов [Текст] / В.А. Толкачев // Цветные металлы. – 2003. – № 4. – С. 48-52.

87 О расчете аппаратов колонного типа для промывки флокулированных осадков [Текст] / Д.В. Рошин, В.В. Кобзев, А.Л. Левченко [и др.] // Теоретические основы химической технологии. – 1985. – № 5. – С. 693-696.

88 Ласкорин, Б.Н. Сорбционное извлечение урана из пульп и растворов [Текст] / Б.Н. Ласкорин // Атомная энергия. – 1960. – Т. 9. – № 4. – С. 286-296.

89 Галкин, Н.П. Технология урана [Текст] / Н.П. Галкин [и др.]. – М.: Атомиздат, 1964. – с. 87-92, 130-135.

90 Сударииков, Б.Р. Процессы и аппараты урановых производств [Текст] / Б.Р. Сударииков, Э.Г. Раков. – М.: Машиностроение, 1969. – с. 22-24, 48-54.

91 Перспективы использования пульсационных реакторов для процесса разделения и отмывки пульп [Текст] / Е.И. Захаров, В.Ф. Абрамкин, Ю.Ф. Коровин [и др.] // Пульсационная аппаратура в народном хозяйстве. Ч. III. Пульсационные реакторы различного назначения. – М.: Атомиздат, 1979. – С. 52-57.

92 Карпачева, С.М. Основы теории и расчета пульсационных колонных реакторов [Текст] / С.М. Карпачева, Е.И. Захаров. – М.: Атомиздат, 1980. – 256 с. – с. 201-209.

93 Исследование процесса классификации пульп с одновременной отмывкой растворимых веществ от песков во взвешенном слое [Текст] / В.А. Толкачев, И.А. Якубович, А.А. Буланов [и др.] // Известие вузов. Цветная металлургия. – 1984. – № 4. – С. 16-21.

94 А.с. 1088738 СССР, МПК В01D 3/22. Контактная тарелка для массообменных аппаратов [Текст] / И.А. Якубович И.А., В.А. Толкачев В.А., А.А. Буланов, А.А. Аксенов, Л.А. Руденко, В.А. Кузьмин, А.А. Шаймуратов, Т.В. Кривцов, А.Н. Макеев (СССР). – № 3461969/23-26; заявл. 02.07.1982; опубл. 30.04.1984, Бюл. № 16.

95 Van Deemter, J.J. Longitudinal diffusion and resistance to mass transfer as causes of nonideality in chromatography [Text] / J.J. Van Deemter, F.J. Zuiderweg, A. Klinkenberg // Chemical Engineering Science. – 1956. – V.5. – № 6. – P. 271-289.

96 Розен, А.М. Теория разделения изотопов в колоннах [Текст] / А.М. Розен. – М.: Атомиздат, 1960. – 438 с.

97 Розен, А.М. Продольное перемешивание в экстракционных колоннах с пульсацией [Текст] / А.М. Розен, Ю.Г. Рубежный, Б.В. Мартынов // Химическая промышленность. – 1970. – № 2. – С. 52-57.

98 Шестопапов, В.В. О продольном перемешивании в колоннах с насадкой [Текст] / В.В. Шестопапов, В.В. Кафаров, Л.И. Бляхман // Химическая промышленность. – 1963. – № 5. – С. 47-51.

99 О продольном перемешивании дисперсной фазы при обработке суспензий в аппаратах колонного типа [Текст] / А.А. Буланов, И.А. Якубович, В.А. Толкачев [и др.] // Журнал прикладной химии. – 1988. – № 6. – С. 1285-1288.

100 Карпачева, С.М. Влияние частоты и амплитуды пульсации на гидродинамические и технологические характеристики пульсационных экстракционных колонн с насадкой КРИМЗ [Текст] / С.М. Карпачева, Е.И. Захаров // Журнал прикладной химии. – 1975. – Т. 48. – № 4. – С. 806-809.

101 Гельперин, Н.И. Структура потоков и эффективность колонных аппаратов в химической промышленности [Текст] / Н.И. Гельперин, В.Л. Пебалк, А.Е. Костянян. – М.: Химия, 1977. – 264 с.

102 Применение колонных классификаторов в схеме химического обогащения флюоритовых концентратов [Текст] / А.А. Буланов, И.А. Якубович, В.А. Толкачев [и др.] // Известие вузов. Цветная металлургия. – 1988. – № 4. – С.16-19.

103 Барский, М.Б. Гравитационная классификация зернистых материалов [Текст] / М.Б. Барский, В.И. Ревнивцев, Ю.В. Соколкин. – М.: Недра, 1974. – 231 с.

104 Пупышев, А.А. Атомно-абсорбционный спектральный анализ [Текст] / А.А. Пупышев. – М.: Техносфера, 2009. – 784 с. – С. 19-26, 86.

105 Свидетельство № 18-04 Государственный комитет Российской Федерации по стандартизации и метрологии. Методика выполнения измерений массовой доли урана в рудах ванадатным методом [Текст] / Якшин В.В., Комиссарова Н.С., Бабенкова Н.Е. – М.: ВНИИХТ, 2004. – 16 с.

106 Майников, Д.В. Исследование закономерностей процесса классификации, выделения и промывки песков в колонном аппарате с пульсационным перемешиванием [Текст] / Д.В. Майников, В.А. Толкачев // ВНИИХТ – 65 лет: сборник научных трудов. – М.: ООО «Винпресс», 2016. – 368 с. – с. 157-160.

107 Берт, Р.О. Технология гравитационного обогащения [Текст]: перевод с английского / Р.О. Берт. – М.: Недра, 1990. – 574 с.

108 Верховский, И.М. Основы проектирования и оценки процессов обогащения полезных ископаемых [Текст] / И.М. Верховский. – М.: Углетехиздат, 1949. – 489 с.

109 Лященко, П.В. Гравитационные методы обогащения [Текст] / П.В. Лященко. – М.: Гостоптехиздат, 1940. – 264 с.

110 Клячин, Н.В. Об эффективности обогащения мономинерального сырья [Текст] / Н.В. Клячин, Ю.И. Никитин // Известие вузов. Цветная металлургия. – 1964. – №2. – С. 34-41.

111 Розен, А.М. Масштабный переход в химической технологии [Текст] / А.М. Розен // Химическая промышленность. – 1982. – № 8. – С. 455-458.

112 Розен, А.М. Исследование продольного перемешивания в промышленной экстракционной колонне с пульсацией [Текст] / А.М. Розен, Ю.Г. Рубежный // Теоретические основы химической технологии. – 1971. – Т.5. – №6. – С.842-851.

113 Методика расчета аппаратуры для отмывки ионитов в процессах сорбционного извлечения урана из пульп и растворов [Текст] / Л.С. Нам, В.Л. Быховцов, Т.Ю. Смирнова [и др.] // Атомная энергия. – 1987. – Т. 63. – № 3. – С. 165-168.

114 Кириченко, Д.В. Влияние продольного перемешивания на эффективность промывки нерастворимого осадка, полученного после процесса выщелачивания серпентинита, в колонном аппарате с пульсационным перемешиванием [Текст] / Д.В. Кириченко, В.А. Толкачев, Д.В. Майников // Известия высших учебных заведений: Химия и химическая технология. – 2014. – Том 57. – № 6. – С. 105-107.

115 Левеншпиль, О. Инженерное оформление химических процессов [Текст] / О. Левеншпиль. – М.: Химия, 1969. – 624 с.

116 Продольное перемешивание и его влияние на массообмен в пульсационных ситчатых экстракторах [Текст] / С.З. Каган, Б.А. Вейсбен, В.Г. Труханов [и др.] // Химическая промышленность. – 1972. – № 4. – С. 294-297.

117 Якубович, А.Л. Ядерно-физические методы анализа горных пород [Текст] / А.Л. Якубович, Е. И. Зайцев, С. М. Пржиялговский. – М.: Энергоиздат, 1982. – 264 с.

118 Рубинштейн, Ю.Б. Математические методы в обогащении полезных ископаемых [Текст] / Ю.Б. Рубинштейн, Л.А. Волков. – М.: Недра. 1987. – 296 с.

119 Батунер, Л.М. Математические методы в химической технике [Текст]: издание четвертое, стереотипное / Л.М. Батунер, М.Е. Позин. – Ленинград: ГОСХИМИЗДАТ, 1963. – 640 с.

120 Пат. 2530941 Российская Федерация, МПК В03В 5/62, В03В 13/00. Способ регулирования процесса классификации твердого материала в вертикальном потоке с пульсационным перемешиванием [Текст] / Толкачев В.А., Майников Д.В., Кириченко Д.В.; заявитель и патентообладатель Ведущий науч.-исслед. ин-т химической технологии. – № 2013118369/03; заявл. 19.04.2013; опубл. 20.10.2014, Бюл. № 29 – 11 с.

121 А.с. 719693 СССР, МПК В03В 13/00. Способ автоматического регулирования процесса гидравлической классификации [Текст] / А.И. Семочкин, В.Г. Волков, В.И. Попов (СССР). – № 2531052/22-03; заявл. 11.10.1977; опубл. 05.03.1980, Бюл. № 9.

122 А.с. 906090 СССР, МПК В03В 13/00. Способ регулирования процесса гидравлической классификации [Текст] / И.А. Якубович, В.А. Толкачев, В.И. Уланов,

А.А. Аксенов, Л.А. Руденко, В.К. Черкасов, Ю.А. Хахаев, Р.К. Бикбаев (СССР). – № 2953815/22-03; заявл. 08.07.1980; опубл. 23.03.1985, Бюл. № 11.

123 Ультразвуковые датчики уровня компании Siemens [Текст] / Датчики в промышленности // Chip News. – 2009. – № 5 – с. 40-44.

124 Минц, Д.М. Теоретические основы технологии очистки воды [Текст] / Д.М. Минц. – М.: Издательство литературы по строительству, 1964. – 263 с. – С. 38.

125 Минц, Д.М. Фильтры АКХ и расчеты промывки скорых фильтров [Текст] / Д.М. Минц, С.А. Шуберт. – М., Л.: Издательство Министерства коммунального хозяйства РСФСР, 1951. – 174 с.

126 Касаткин, А.Г. Основные процессы и аппараты химической технологии [Текст] / А.Г. Касаткин. – М.: Химия, 1973. – 752 с.

127 Полупромышленные испытания бесфильтрационной технологии переработки руд Эльконского урановорудного района на пробе с содержанием урана 0,3 %. Этап 3: Исследование режимов и выбор оптимальных параметров процесса автоклавного выщелачивания и разделение выщелоченной пульпы в пульсационных колоннах [Текст]: отчет о НИР / Ведущий науч.-исслед. ин-т химической технологии; рук. Смирнов К.М.; исполн.: Толкачев В.А. [и др.] – М.: ВНИИХТ, 2010. – 59 с. – Библиогр.: с. 37-43 – Инв. № ТИ/4499.

128 Толкачев, В.А. Использование колонных аппаратов с пульсационным перешиванием для классификации измельченного материала, выделения и промывки песков перед сорбцией урана из пульп [Текст] / В.А. Толкачев, Д.В. Майников // Химическая технология. – 2014. – № 1. – С. 59-62.

129 Исследования и полупромышленные испытания схемы с загрузлением помола раздельным выщелачиванием песков и шламов, оценкой влияния кремния на ионообменные свойства эксплуатируемого сорбента. Этап 3. Участие при проведении опытно-промышленных испытаний и анализ полученных результатов. Этап 4. Подготовка и выпуск заключительного отчета [Текст]: отчет о НИР / Ведущий науч.-исслед. ин-т химической технологии; рук. Смирнов К.М.; исполн.: Толкачев В.А. [и др.] – М.: ВНИИХТ, 2011. – 54 с. – Библиогр.: с. 17-19 – Инв. № ТИ/4859.

130 Научно-техническое руководство полупромышленными испытаниями в ОГМЦ ЦНИЛ (загрубление помола + сорбенты). Этапы 1, 2, 3 [Текст]: отчет о НИР / Ведущий науч.-исслед. ин-т химической технологии; рук. Смирнов К.М.; исполн.: Толкачев В.А. [и др.] – М.: ВНИИХТ, 2012. – 37 с. – Библиогр.: с. 22-33 – Инв. № ТИ/4970.

131 Rod, V. Calculation of extraction columns with longitudinal mixing [Text] / V. Rod // British Chemical Engineering. – 1964. – V. 9. – № 5. – P. 300-304.

132 Аксельруд, Г.А. Кинетика извлечения окиси алюминия из спека в противоточных аппаратах непрерывного действия [Текст] / Г.А. Аксельруд, Е.М. Семенишин // Цветные металлы. – 1966. – № 10. – С. 48-51.

133 Розен, А.М. Массопередача в колонных аппаратах [Текст] / А.М. Розен, М.Н. Беззубова М.Н. // Теоретические основы химической технологии. – 1968. – Т.2. – №6. – С.850-853.

134 Miyauchi, T. Longitudinal Dispersion in Two-Phase Continuous-Flow Operations [Text] / T. Miyauchi, T. Vermeulen. // Industrial & Engineering Chemistry Fundamentals – 1963. – V. 2. – № 2. – P. 113-126.

135 Hartland, S. A comparison of differential and stagewise counter current extraction with backmixing [Text] / S. Hartland, J.C. Meklenburgh // Chemical Engineering Science. – 1966. – V. 21. – № 12. – P. 1209-1229.

136 Семенишин, Е.М. Теоретические основы извлечения твердого вещества в условиях прямотока и противотока [Текст] / Е.М. Семенишин // Химическая технология. – 1980. – № 5. – С. 60-62.

137 Игнатъев, Г.П. Влияние объемной концентрации частиц в слое на интенсивность массообмена [Текст] / Г.П. Игнатъев, В.Б. Броунштейн, В.В. Козловский // Журнал прикладной химии. – 1980. – Т. 53. – № 2. – С. 348-353.

138 Разработка технологической схемы переработки комплексных урановозолотых руд Эльконского месторождения, выдача исходных данных для проектирования ГМК и научно-техническое сопровождение проектных работ. Этап 2: Выдача исходных данных для проектирования ГМЗ рудоперерабатывающего комплекса «Эльконского горно-металлургического комбината» [Текст]: отчет о НИР / Ведущий науч.-исслед. ин-т химической технологии; рук. Звонарев Е.Н.; исполн.: Смирнов К.М [и др.] – М.: ВНИИХТ, 2010. – 197 с. – Библиогр.: с. 105-112 – Инв. № ТИ/4427.

139 Самойлов, В.И. Экспериментальная разработка перспективных химических методов извлечения бериллия и лития из минерального сырья [Текст] / В.И. Самойлов. – Усть-Каменогорск: Альянс, 2006. – 551 с.

140 Получение бериллиевых материалов для ядерной и термоядерной энергетики из бериллийсодержащих отходов [Текст] / В.Е. Матясова, М.Л. Коцарь, С.Л. Кочубеева [и др.] // ВАНТ. – 2013. – № 2 (84). – С. 110-117.

141 Нестеров, К.Н. Щелочное автоклавное вскрытие бериллиевых концентратов Ермаковского месторождения [Текст] / К.Н. Нестеров, С.М. Радушинский, З.М. Алекберов // Цветные металлы. – 2017. – № 2. – С. 56-61.

142 Самойлов, В.И. Совершенствование процесса промывки осадка, образующегося в гидрометаллургии бериллия на стадии выщелачивания сырья [Текст] / В.И. Самойлов // Цветные металлы. – 2007. – № 10. – С. 77-79.

143 А.с. 1118391 СССР, МПК В01D 21/00. Осветлитель суспензий [Текст] / Л.А. Руденко, М.Г. Косарев, В.А. Толкачев, Н.Г. Матясов, В.Ф. Соколов, И.В. Трошкин, А.П. Кузьменко, В.Е. Матясова (СССР). – № 3636288/23-26; заявл. 27.06.1983; опубл. 15.10.1984, Бюл. № 38. – С. 392-395.

144 Толкачев, В.А. Интенсификация процессов разделения пульп в бериллиевом производстве [Текст] / В.А. Толкачев, Н.П. Пасхин, Д.В. Майников // Цветные металлы. – 2017. – № 6. – С. 8-11.

ПРИЛОЖЕНИЕ А

Акт о проведении опытно-промышленных испытаний

Этап 3. Участие при проведении опытно-промышленных испытаний и анализ полученных результатов.

Утверждаю
Первый заместитель директора
ОАО «ВНИИХТ» по железу
В.И. Наконов
15.12.2011 г.

Утверждаю
Заместитель директора ОАО
«ППГХО» по производству по
технологии
В.Г. Литвиненко
15.12.2011 г.



Акт

о проведении опытно-промышленных испытаний процесса извлечения урана с загрузлением помола и раздельным атмосферным выщелачиванием песков и шламов в ОГМЦ ЦНИИЛ ОАО «ППГХО» по договору № 10-05/12032 от 22.06.2010 г.

В октябре-ноябре этого года в ОГМЦ ЦНИИЛ ОАО «ППГХО» были проведены опытно-промышленные испытания процесса извлечения урана с загрузлением помола и раздельным выщелачиванием песков и шламов. Всего на установке было переработано 60 т руды текущей добычи, при производительности 0,68 т/ч. Руда измельчалась до заданной крупности -0,3 мм, затем путем гидроциклонирования руда разделялась на пески (выход ~34%) и шламы. Далее проводили выщелачивание песков и их промывку в колонном аппарате с пульсационным перемешиванием, смешивание шламов с промывными растворами, их сгущение и выщелачивание.

При плотности исходной пульпы 1210 кг/м³, поступающей на гидроциклонирование, получены слив гидроциклона с плотностью 1090 кг/м³ и пульпа песков с плотностью 1625 кг/м³. На операции выщелачивания песков, при подаче 60% серной кислоты от всего заданного количества и ее остаточном содержании 63 г/л, достигнуто извлечение урана в раствор на уровне 96,4%. В опытном колонном аппарате проведен процесс отмывки урана от песков. При удельной производительности по твердому 150 т/м² в сутки, удельном расходе промывной воды 1,5 м³/т твердого, получены пульпы шламов с плотностью 1100 кг/м³ и пульпа песков с плотностью 1700 кг/м³. Эффективность отмывки урана составила 95,6%.

В сгустителе Ø 2,5 м осуществлен процесс сгущения шламов до плотности 1388 кг/м³. Проведен процесс нейтрализации избыточной кислотности (до pH=5,6-5,7) и окисления железа путем смешения верхнего слива процесса промывки со сгущенной пульпой шламов. При дозировке серной кислоты 125 кг/т твердого сгущенной пульпы (40% от общего расхода) осуществлено выщелачивание урана из шламов с эффективностью 95,3% (содержание урана в кеке 0,008%), при 70°C, продолжительности 6 часов и расходе MnO₂ в количестве 2,5 кг/т исходной руды.

При общем расходе серной кислоты 149 кг/т исходной руды, 2,5% MnO_2 и высокой остаточной кислотности, суммарное извлечение урана из песков и шламов составило 95,67%, при концентрации урана в жидкой фазе пульпы 1,09 г/л.

При выщелачивании шламов без добавки пиролюзита, общем расходе кислоты 141 кг/т исходной руды, извлечение урана из шламов снизилось до 92,2%, а общее извлечение урана из руды составило 93,62%.

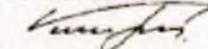
На сорбционное извлечение урана поступала проба после выщелачивания шламов с содержанием компонентов в жидкой фазе пульпы, г/л: U – 1,09, SiO_2 – 0,2, H_2SO_4 – 26; содержание U в твердой фазе 0,014%.

В условиях имитации процесса непрерывно-противоточного извлечения урана при соотношении сорбент:пульпа = 1:10, продолжительности контакта фаз 45 минут на одной стадии (количество стадий 10) получена емкость анионита Pyrolite A-500 по урану – 10,51% (~ 52 г/л), по кремнию – 0,075%. Достигнуто содержание урана в сбросной пульпе: жидкая фаза – 3 мг/л, твердая фаза – 0,006%.

Проведена десорбция урана раствором 15%-ной H_2SO_4 со скоростью пропускания элюирующего раствора 1 об/об в час. Получен товарный десорбат с концентрацией урана 12,51 г/л при его выходе 3 об/об ионита. Степень десорбции урана составила 99,94%.

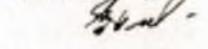
От ОАО «ВНИИХТ»

Начальник отдела



К.М. Смирнов

Начальник отдела



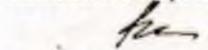
В.А. Пеганов

Начальник лаборатории



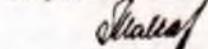
О.К. Крылова

Начальник лаборатории



В.А. Голкачев

Ведущий научный сотрудник



Т.В. Молчанова

Старший научный сотрудник



Е.В. Жарова

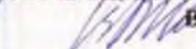
От ОАО «ППГХО»

Начальник ЦНИЛ



А.А. Морозов

Зам. нач. ЦНИЛ по технологии



В.Г. Шелудченко

Начальник ОГМЦЦНИЛ



К.Г. Черный

ПРИЛОЖЕНИЕ Б

Акт приемки колонного аппарата



ППГХО

ОАО «ППГХО»
674673, Забайкальский край, г. Краснокаменск
info@ppgho.ru, www.priargunsky.armz.ru
+7 (30245) 2-53-05

ИНН: 7530000048
КПП: 753001001
ОКПО: 07621060
ОГРН: 1027501067747

№ _____

О приёмке в работу пульсационной
колонны промывки выщелоченных
песков



ТВЕРЖДАЮ

Директор по производству

С.В. Шурыгин

АКТ

**приёмки колонного аппарата с пульсационным перемешиванием
на операции промывки песков и подготовки его к эксплуатации
в ОГМЦ ЦНИЛ**

Этап 2. Авторский надзор при изготовлении и монтаже пульсационной колонны по эскизным рабочим чертежам по договору № 100-10-05/17766 от 07.09.2012 г.

В соответствии с Календарным планом специалистами ОАО «ВНИИ химической технологии» были выполнены и направлены в адрес предприятия ОАО «ППГХО» рабочие чертежи колонного аппарата с пульсационным перемешиванием Ø210 мм, который должен быть установлен в опытном цехе ОГМЦ ЦНИЛ для проведения процесса классификации, выделения и промывки песков из пульпы, образующейся после процесса выщелачивания.

По рабочим чертежам в опытном цехе были изготовлены и смонтированы колонный аппарат, пульсатор и проведены монтажные работы в соответствии с Техническим заданием на технологическую схему «обвязки» и систему автоматического регулирования. При выполнении работы были предусмотрены системы разгрузки промытых песков и их транспортировки от места установки аппарата.

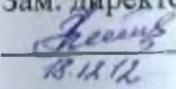
По окончании монтажных работ проведены гидравлические испытания аппарата и опробована система пульсации.

Технические параметры работы аппарата (амплитуда колебаний, частота пульсаций, интервалы разгрузки песков и др) и обучение аппаратчиков приёмам его эксплуатации будут отработаны в период пуско-наладочных работ.

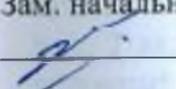
Аппарат подготовлен к проведению полупромышленных испытаний.

От ОАО «ППГХО»

Зам. директора по производству

 В.Г. Литвиненко

Зам. начальника ЦНИЛ

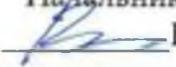
 В.Г. Шелудченко

Начальник ОГМЦ

 В.Е. Федосеев

От ОАО «ВНИПИпромтехнология»

Начальник лаборатории

 В.А. Толкачёв