На правах рукописи

Майников Дмитрий Вячеславович

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

Специальность 25.00.13 - Обогащение полезных ископаемых

Автореферат диссертации на соискание ученой степени кандидата технических наук

Москва, 2017

Работа выполнена в Акционерном обществе «Ведущий научно-исследовательский институт химической технологии»

Научный руководитель: Толкачев Владислав Александрович
кандидат технических наук,
ведущий научный сотрудник

Официальные оппоненты:

Седельникова Галина Васильевна — доктор технических наук, Федеральное государственное унитарное предприятие «Центральный научно-исследовательский геологоразведочный институт цветных и благородных металлов» (г. Москва), заместитель директора

Бекчурина Екатерина Александровна — кандидат технических наук, Федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение высшего образования «Уральский государственный горный университет», (г. Екатеринбург), доцент кафедры «Обогащение полезных ископаемых»

Ведущая организация: Федеральное государственное бюджетное учреждение науки «Институт проблем комплексного освоения недр им. Н.В. Мельникова» Российской академии наук (ИПКОН РАН), г. Москва

Защита диссертации состоится 14 марта 2018 года в 16:30 в аудитории К-212 на заседании диссертационного совета Д 212.132.05 при Федеральном государственном автономном образовательном учреждении высшего образования «Национальный исследовательский технологический университет «МИСиС» по адресу: 119991, г. Москва, Крымский вал, д.3.

С диссертационной работой можно ознакомиться в библиотеке НИТУ «МИСиС» и на сайте http://www.misis.ru/.

Отзывы на автореферат направлять по адресу: 119049, г. Москва, Ленинский проспект, 4, НИТУ «МИСиС», ученому секретарю совета Лобовой Т.А.

Автореферат разослан «10» января 2018 года

Ученый секретарь диссертационного совета Т.А. Лобова

ОБЩАЯ ХАРАКТЕРИСТИКА РАБОТЫ

Актуальность темы исследований. В гидрометаллургии цветных и редких металлов широкое распространение получили процессы выщелачивания руды с последующей сорбцией ценных растворимых веществ из пульп. При таком способе переработки зачастую возникает задача в дополнительной подготовке пульп к процессу сорбции.

Наиболее актуально эта задача присутствует в урановой промышленности. Потребности России в уране оцениваются в 19-20 тысяч тонн в год, при этом в стране в 2015 году было произведено всего 3055 тонн урана. Разница компенсируется за счет складских запасов, которые не восполняются, и закупок за рубежом. Для повышения обороноспособности страны и ее стратегической и экономической безопасности в ближайшем будущем возникнет необходимость в увеличении производства урана из собственного минерального сырья. Осуществить это можно, в первую очередь, за счет переработки руд Эльконского месторождения, где сосредоточено до 6 % общемировых извлекаемых запасов урана. Эти руды, в которых уран представлен в основном трудновскрываемым минералом браннеритом, представляется возможным перерабатывать по схеме, включающей загрубление помола и выщелачивание руды в автоклавах с последующей сорбцией урана из пульп. Однако при таком способе переработке присутствующие в пульпе пески (крупнодисперсная фракция с размером частиц плюс 0,1 мм) истирают ионообменные смолы и накапливаются в «мертвых зонах» аппаратов сорбции.

Ранее на промышленных предприятиях при переработке урановых руд по «песковым» схемам с загрублением 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 степенью отмывки, требуют несколько ступеней промывки и более высокого удельного расхода промывного раствора для достижения приемлемых результатов отмывки растворимых веществ, а также значительных затрат, связанных с ремонтом оборудования. Следует отметить, что помимо этого промышленные спиральные классификаторы занимают значительные площади в цехах, а классификаторы, гидроциклоны и насосы, перекачивающие пульпу, постоянно подвергаются истиранию за счет абразивного 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,

первоначально созданные для радиохимического производства. Большой вклад в создание и освоение таких аппаратов в нашей стране внесли сотрудники АО «ВНИИНМ им. А.А. Бочвара»: Карпачева С.М., Розен А.М., Захаров Е.И., Рагинский Л.С., Муратов В.М., Кошкин В.Н. и др. Разработанные с участием вышеуказанных авторов конструкции пульсационных колонных аппаратов с применением новых технических решений и приемов представилось возможным использовать на операции классификации и промывки песков. Это позволило осуществить процесс в одну стадию (в одном аппарате), снизить удельный расход промывной воды и увеличить эффективность разделения и промывки. В то же время, при проведении процесса в колонных аппаратах на начальном этапе не было сделано научного обоснования возможности их использования для гидравлической классификации твердого материала с одновременной отмывкой ценных растворимых веществ от песков, что не позволяло получать пригодные к сорбционной переработке пульпы без дополнительных операций. Все вышеперечисленное снижало экономическую и технологическую привлекательность дальнейшего использования колонных аппаратов с пульсационным перемешиванием.

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 максимально снизить содержание частиц класса плюс 0,1 мм в сливе, поступающем на сорбцию, и сократить потери ценных растворимых веществ с песками, являются актуальной задачей.

Цель работы состоит в повышении 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.

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.

Научная новизна:

-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/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 0,1мм. 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.

Методы исследования. Основные выводы по работе сформулированы на основании результатов исследования проб, полученных в ходе лабораторных исследований. Содержание ценного растворимого вещества в пробах определялось методом атомно-абсорбционной спектрометрии (для меди) на приборе AGILENT AA240FS с системой Fast Sequential (быстрый последовательный анализ) и титриметрическим методом (для урана), основанным на титровании урана (IV) ванадатом аммония, разработанным в АО ВНИИХТ (Свидетельство № 18-04, выдано Государственным комитетом РФ по стандартизации и метрологии, 2004). Определение гранулометрического состава твердой фазы в пробах проводили на лазерном анализаторе размера частиц HORIBA LA300. Экспресс-анализ на содержание конкретных классов в продуктах в течение работы колонного аппарата, осуществляли с помощью набора сит с крупностью проходного отверстия 0,315, 0,16, 0,1, 0,074 мм. Определение коэффициентов продольного перемешивания осуществляли по кривым отклика на основе диффузионной модели. Содержание трассера в твердой фазе находили рентгенофлуоресцентным методом на приборе АРФ-6, путем анализа спектра, образующегося при облучении пробы рентгеновским излучением. Анализы всех проб проводились специалистами Испытательно-аналитического центра АО «ВНИИХТ».

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.

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

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).

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 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.

Публикации. По теме диссертационной работы опубликовано 2 статьи в рецензируемых журналах, рекомендованных ВАК, один патент РФ и 10 тезисов докладов в сборниках трудов международных и российских конференций.

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

ОСНОВНОЕ СОДЕРЖАНИЕ РАБОТЫ

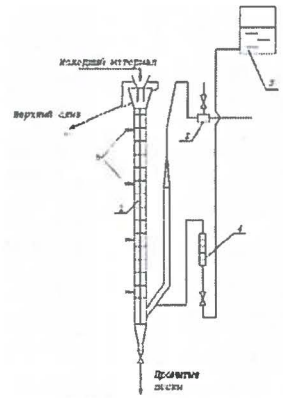
Во Введении дана общая характеристика работы, обоснована актуальность темы, сформулированы цель диссертации, научная новизна и практическая значимость работы.

В первой главе приведен аналитический обзор литературы, опубликованной по тематике исследований. Рассмотрены традиционные способы подготовки полученных после выщелачивания пульп к сорбционной переработке, осуществляемые в сгустителях, спиральных классификаторах и гидроциклонах, особенности аппаратурно-технического оформления и примеры промышленной реализации этих методов. Обоснованы заметные преимущества предлагаемого способа классификации, выделения и промывки песков в колонном аппарате с пульсационным перемешиванием, которые заключаются в возможности проведения процесса за

одну стадию (в одном аппарате) с высокой эффективностью и минимальным расходом промывной воды.

Между тем, обзор накопленного материала показал, что проведенные ранее работы имели ряд недостатков. Так высота испытуемых аппаратов выбиралась произвольно, и была явно завышена, то же самое касается основных показателей процесса – удельной нагрузки по твердому материалу и удельному расходу промывного раствора. Анализ ограниченных результатов исследований процессов подготовки пульп к сорбции в колонных аппаратах на начальном этапе их освоения показал, что основные закономерности происходящих в них процессов недостаточно изучены. В тот период в колонных аппаратах не удалось достичь таких показателей, чтобы с уверенностью рекомендовать их в промышленное производство. Анализ литературы также показал, что наличие в рабочем пространстве аппарата твердой фазы, отдельные частицы которой служат своеобразными дополнительными «подвижными насадками», снижает отрицательное влияние эффекта продольного перемешивания, который присутствует во всех аппаратах колонного типа.

На основе анализа существующих публикаций по тематике диссертации сформулированы основные задачи исследования, подтверждена необходимость проведения детальных исследований процесса, а также разработки надежного способа моделирования и расчета высоты рабочей зоны промышленного аппарата, секционированной контактными массообменными тарелками. Основной идеей работы является проведение процесса с использованием накопленного в нижней части колонного аппарата плотного слоя песков, что способствует достижению высоких результатов.



1 – корпус аппарат, 2 – пульсатор, 3 – напорная емкость для воды, 4 – ротаметр, 5 – пробоотборники

Рисунок 1 – Колонный аппарат с пульсационным перемешиванием (схема)

Во второй главе подробно описаны лабораторная установка, схематично показанная на рисунке 1, методика проведения экспериментов и выполнения анализов. Дана характеристика исходного материала (ситовая характеристика, химический и минералогический состав). Процесс классификации, выделения и промывки песков заключается в следующем. В колонном аппарате, заполненном промывным раствором (водой), на вертикальный поток накладываются возвратно-поступательные колебания (пульсации) с заданной интенсивностью. После этого с постоянным расходом подаются сверху полученная после выщелачивания пульпа, а снизу промывной раствор. В результате крупные и более тяжелые твердые частицы

исходной пульпы (пески) осаждаются вниз и затем разгружаются, а маточный раствор и мелкодисперсные твердые частицы (шламы) выносятся из аппарата восходящим потоком промывной жидкости.

На основании полученных экспериментальных данных установлены зависимости эффективности классификации и промывки от основных параметров работы аппарата, представленные на рисунках 2-4. Из рисунков 2-4 видно, 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.

Из результатов исследований, представленных на рисунке 5, видно, что накопление плотного слоя песков в нижней части рабочей зоны колонного аппарата ведет к повышению эффективности промывки песков.

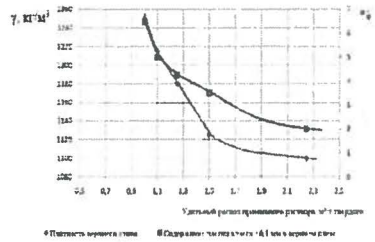


Рисунок 2 – Влияние удельного расхода промывной жидкости на технологические показатели верхнего слива

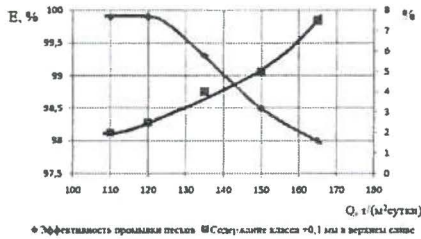


Рисунок 3 – Влияние удельной нагрузки по твердому материалу (Q) на технологические показатели

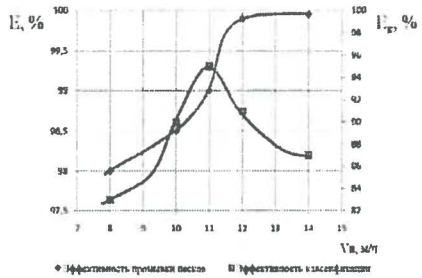


Рисунок 4 – Влияние скорости восходящего потока (Vв) на эффективность классификации и промывки

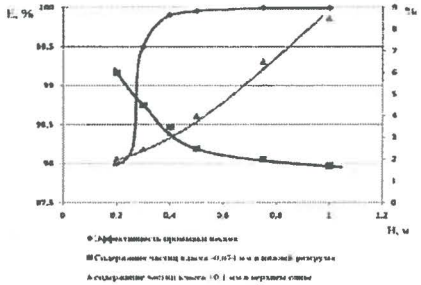
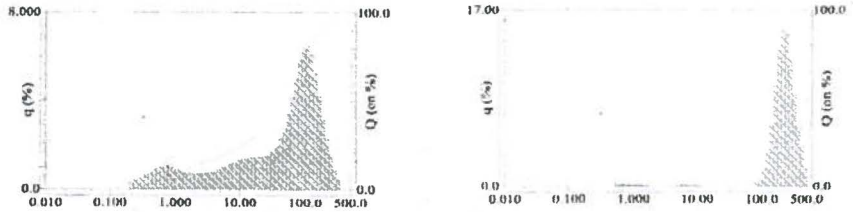


Рисунок 5 – Влияние высоты плотного слоя (H) на технологические показатели процесса

Анализ проб, отобранных по высоте аппарата, показал, что концентрация ценного растворимого вещества в плотном слое изменяется с 0,179 до 0,440 мг/дм^3, а выше плотного слоя резко увеличивается с 1,2 до 241,2 мг/дм^3. Такая же картина наблюдается и для распределения шламов по высоте колонного аппарата: в нижней части – в зоне плотного слоя – содержание частиц класса минус 0,074 мм изменяется от 2,4 до 5,4 %, выше этой зоны увеличивается с 5,9 до 83,2 %. Поэтому было принято решение проводить процесс в условиях накопления и поддержания на постоянном уровне плотного слоя песков.

Из рисунка 5 также видно, что с увеличением высоты плотного слоя содержание шламов (частиц класса минус 0,074 мм) в нижней разгрузке снижается, но растет количество песков (частиц класса плюс 0,1 мм) в верхнем сливе. На основании экспериментальных данных было установлено, что наличие плотного слоя песков в рабочей зоне аппарата, является основным фактором интенсификации процесса, и рекомендовано поддерживать его высоту на уровне (0,3÷0,5)H_p, где H_p – высота рабочей зоны колонного аппарата.

В работе дана оценка эффективности пульсационной колонны в качестве классифицирующего аппарата для разделения измельченного рудного материала. На рисунке 6 приведен пример гранулометрического состава твердой фазы исходной пульпы и нижней разгрузки для одного из опытов. Из рисунка 6 видно, что в исходной пульпе содержится около 55 % частиц класса минус 0,1 мм, а в нижней разгрузке содержание шламов не превышает 2 %. Среднее значение эффективности классификации $E_к$ для опытов составляет 94 %.



Исходная пульпа Нижняя разгрузка

Рисунок 6 – Ситовая характеристика исходной пульпы, верхнего слива и нижней разгрузки (q – содержание класса в продукте, горизонтальная шкала – крупность класса в мкм)

Для подтверждения высокой эффективности классификатора строили также кривую разделения Тромпа – графическую зависимость коэффициентов разделения для каждой фракции в продукте ε (%) от крупности частиц этой фракции – представленную на рисунке 7. Значение кривой Тромпа состоит в том, что она определяется типом используемого классификатора. Показатель эффективности разделения в аппарате – вероятное отклонение Ep – рассчитывается как половина разности между величинами крупности класса, извлечение

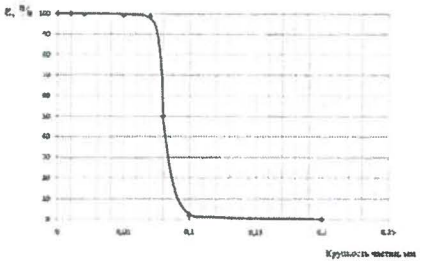


Рисунок 7 – кривая разделения Тромпа для процесса классификации в колонном аппарате

которого составило 25 %, и класса, извлечение которого составило 75 %. Для наших опытов эта величина составила 0,00375.

Низкое значение Ep, указывает на минимальное различие в интервале крупности разделяемых продуктов. Из рисунка 7 видно, что классификация проходит по граничному зерну 0,08 мм. График представлен кривой с достаточно крутым переходом, что свидетельствует об эффективности использования колонного аппарата в качестве классификатора.

Отмечено, что во всех колонных аппаратах имеет место эффект продольного перемешивания, который снижает эффективность процесса. С увеличением интенсивности пульсаций усиливается отрицательный эффект продольного перемешивания фаз. В связи с чем, в работе дана оценка влияния величины интенсивности пульсаций на эффективность процесса. Оценку проводили по формуле, предложенной Розеном А.М., для расчета высоты эквивалентной одной теоретической ступени разделения $h'_{экв}$:

$$h'_{экв} = h_{км} + h_д, \qquad (1)$$

где $h_{км}$ – составляющая $h'_{экв}$, обусловленная коэффициентом массопередачи (истинная $h'_{экв}$); $h_д$ – составляющая $h'_{экв}$, обусловленная продольной диффузией (диффузионная добавка).

На основании полученных экспериментальных данных графоаналитическим методом определяли число теоретических ступеней изменения концентраций $T_{пх}$ растворимого вещества в рабочем пространстве аппарата, по методике, представленной на рисунке 8.

1 – линия равновесных концентраций; 2 – линия рабочих концентраций

Рисунок 8 – Определение числа теоретических ступеней изменения концентраций $T_{пх}$ при интенсивности пульсации I=500 мм/мин

Значение $h'_{экв}$ находим по уравнению:

$$H_p = h'_{экв} \times T_{пе}, \qquad (2)$$

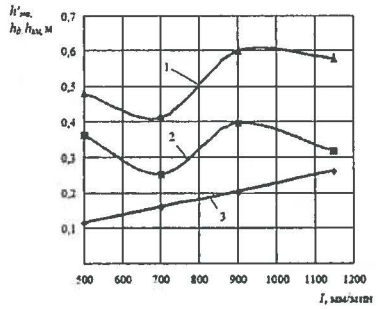
где H_p – высота рабочей зоны, м.

Величину диффузионной добавки рассчитываем по уравнению:

$$h_д = \frac{E_c}{w_c} + \frac{E_d}{w_d}. \qquad (3)$$

Величины w_c и w_d – скорость сплошной и дисперсной фаз – расчетные величины от начальных условий эксперимента. Коэффициенты продольного перемешивания в сплошной E_c и дисперсной E_d фазах определяли экспериментально на этой же лабораторной установке методом импульсного ввода трассера – вещества, химически инертного по отношению к среде, при различной интенсивности колебаний, по известной методике, предложенной Левеншпилем О. По разнице величин $h'_{экв}$ и $h_д$ определяем $h_{км}$.

Расчет был выполнен для интенсивности пульсаций 500, 700, 900 и 1150 мм/мин. Результаты расчетов представлены в виде зависимости $h'_{экв}$ и составляющих ее величин $h_д$ и $h_{км}$ от интенсивности пульсации I на рисунке 9.



1 – $h'_{экв}$, 2 – $h_{км}$, 3 – $h_д$

Рисунок 9 – Зависимость $h'_{экв}$, $h_д$ и $h_{км}$ от интенсивности пульсации I

Из рисунка 9 видно, что $h_д$ составляет значительную часть от суммарной величины $h'_{экв}$ (до 50 %), и подобные добавки следует учитывать при расчете высоты колонного аппарата. С повышением I величина $h_д$ возрастает, и, следовательно, увеличивается влияние продольного перемешивания на процесс. Результаты полученных анализов показали, что эффективность промывки снижается с увеличением интенсивности пульсаций, как видно из зависимости на рисунке 10. Минимальные значения $h'_{экв}$ и $h_{км}$ и максимальное значение эффективности промывки получены при интенсивности пульсации 650-750 мм/мин.

При оценке влияния интенсивности пульсаций на эффективность классификации было установлено, что минимальное содержание песков в верхнем сливе наблюдается при I в интервале значений 650-750 мм/мин. На рисунке 11 представлена зависимость изменения содержания песков класса плюс 0,1 мм в верхнем сливе от интенсивности пульсаций I.

Таким образом, установлено, что наилучшие показатели процесса классификации с одновременной отмывкой растворимых веществ достигнуты при интенсивности пульсаций в интервале значений 650-750 мм/мин.

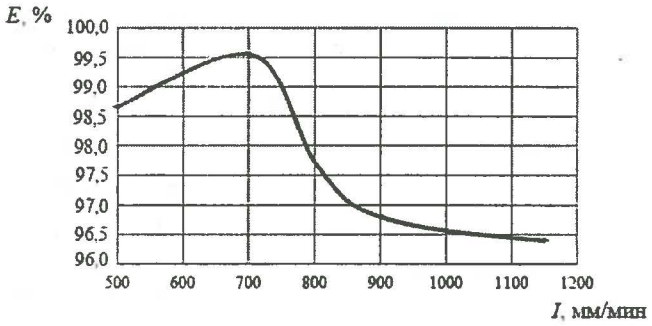


Рисунок 10 – Влияние интенсивности пульсаций на эффективность промывки

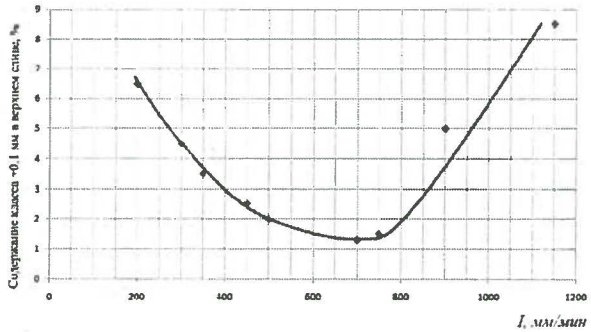


Рисунок 11 – Влияние интенсивности пульсаций на содержание песков класса +0,1 мм в верхнем сливе

На основании вышеприведенных исследований встал вопрос об определении критерия оптимизации всего процесса гидравлической классификации с одновременной отмывкой ценных растворимых веществ. Сделать это представлялось возможным путем определения обобщенной функции оптимизации D по методике, предложенной Ю.Б. Рубинштейном и Л.А. Волковым. Функция D определяется, как корень квадратный из произведения частных функций оптимизаций для процесса промывки $d_п$ и процесса классификации $d_к$. Частная функция находится по уравнению:

$$d = e^{-e^{-I}}, \qquad (4)$$

где f – функция параметра, которая для нашего случая имеет вид: $f_к$=-53+0,6y – для классификации, $f_п$=-253,7+2,55y – для промывки (y – значение параметра оптимизации).

В таблице 1 представлены расчеты D на основании полученных экспериментально значений E и $E_к$. Из таблицы 1 видно, что увеличение параметра эффективности промывки E выше определенных значений ведет к снижению эффективности классификации $E_к$ и, как следствие, к снижению обобщенной функции оптимизации.

Таблица 1 – Результаты расчета обобщенной функции оптимизации

№ опыта	E	$E_к$	$f_п$	$f_к$	$d_п$	$d_к$	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

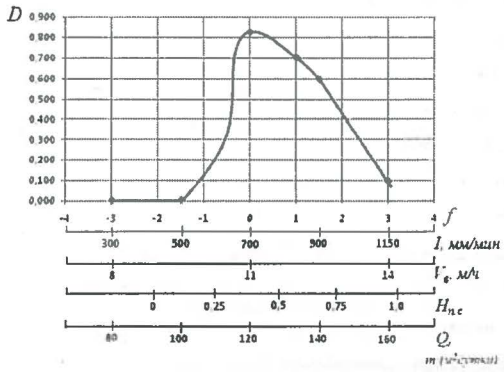


Рисунок 12 – Зависимость обобщенной функции оптимизации D от рабочих параметров процесса

На рисунке 12 представлена зависимость обобщенной функции оптимизации от рабочих параметров процесса. Из рисунка 12 видно, что максимальное значение D, достигается при следующих параметрах оптимизации: интенсивность пульсаций 650-750 мм/мин, скорость восходящего потока 11 м/ч, удельная нагрузка по твердому 120 т/(м^{2}сутки), высота плотного слоя (0,3-0,5)H_p.

Такие параметры работы колонного аппарата следует принять в качестве оптимальных. При этом эффективность промывки E составляет 99,90 %, а эффективность классификации $E_к$ равна 95 %. Как видно из таблицы 1, дальнейшее увеличение эффективности промывки ведет к снижению эффективности классификации, вследствие увеличения содержания песков класса плюс 0,1 мм в сливе.

Расчет обобщенной функции оптимизации D показал, что значение эффективности классификации в большей мере определяет суммарную эффективность. 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.

Параметрами процесса, в наибольшей степени влияющими на содержание песков класса плюс 0,1 мм в верхнем сливе, являются удельная нагрузка по твердому (Q) и высота плотного слоя (H). Поэтому в работе по методике, предложенной Л.М. Батунером и М.Е. Позиным, выведено эмпирическое уравнение для расчета возможного содержания песков в пульпе, поступающей на сорбцию, при различных значениях Q и H. В качестве граничных условий приняты: I=650-750 мм/мин, $V_в$=10-11 м/ч и содержание песков класса плюс 0,1 мм в исходном материале 30-45 %. В результате получено уравнение:

$$\lambda = 0{,}045 Q^{0.98} H_0^{0.54} \qquad (5)$$

где λ – содержание песков класса плюс 0,1 мм в верхнем сливе, %; Q – удельная нагрузка аппарата по твердому, т/(м^{2}сутки); H_0 – высота плотного слоя песков H, выраженная в долях от высоты рабочей зоны колонного аппарата.

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

Результаты исследований процесса классификации, выделения и промывки песков в колонном аппарате с пульсационным перемешиванием, полученные на лабораторной установке, позволили получить достаточно полное представление о процессе. Были определены параметры оптимизации работы аппарата, определен приоритетный показатель процесса и выведено эмпирическое уравнение для описания его зависимости от основных рабочих параметров. В качестве основного способа интенсификации предложено проводить процесс в режиме накопления и поддержания плотного слоя песков.

В третьей главе рассмотрены новые приемы организации процесса гидравлической классификации твердого материала с одновременной отмывкой ценных веществ в условиях работы аппарата в режиме накопления и поддержания плотного слоя песков.

Для того чтобы шламы не попадали в нижнюю разгрузку и выносились из плотного слоя в верхний слив, необходимо, чтобы истинная скорость $V_{ист}$ промывного раствора превышала скорость стесненного осаждения $V_{ст}$ частиц. Величины $V_{ист}$ и $V_{ст}$ определяются по формулам, предложенным Минцем Д.М.:

$$V_{ист} = \frac{V_в}{m}, \qquad (6)$$

$$\frac{V_{ст}}{V_{св}} = m^{\delta}, \qquad (7)$$

где $V_в$ – скорость промывного восходящего раствора (отнесенная к площади поперечного сечения аппарата), м/ч; $V_{св}$ – скорость свободного осаждения частиц, м/ч; δ – коэффициент равный 3; m – порозность (отношение объема пустот в слое к общему объему слоя).

В таблице 2 приведены результаты обработки проб, отобранных по высоте колонного аппарата, работающего в режиме накопления и поддержания плотного слоя песков при скорости восходящего потока $V_в$ 8,27 м/ч. Величина $V_{ист}$ рассчитана для конкретного участка аппарата в соответствии с (6).

Таблица 2 – Результаты обработки проб по высоте колонного аппарата и расчета истинной скорости восходящего потока

Номер пробоотборника	m	$V_{ист}$, м/ч
1	0,734	11,27
2	0,732	11,30
3	0,745	11,10
4	0,683	12,10
5	0,638	12,96
6	0,580	14,26
7	0,575	14,38

Из таблицы 2 видно, что в зоне плотного слоя (пробоотборники 5-7) наблюдается увеличение величины $V_{ист}$ на 40-70 % от начальных условий. Скорость свободного осаждения $V_{св}$ частиц крупностью 0,074 мм составляет 42,5 м/ч. Таким образом, из уравнения (7) величина $V_{ст}$ для зоны плотного слоя составила 9,1 м/ч, и, следовательно, шламы относительно легко выносятся из плотного слоя, что ведет к повышению эффективности промывки песков.

Контролируя скорость подачи промывного раствора, представляется возможным организовать работу аппарата с получением высоких результатов.

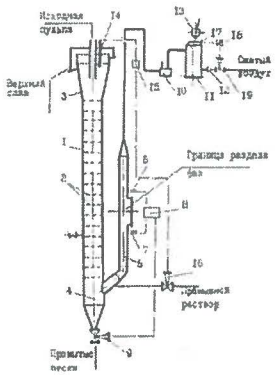


Рисунок 13 – Схема автоматического регулирования процесса

Еще одним приемом, который позволит получить высокие результаты, является поддержание высоты плотного слоя на постоянном уровне. В ходе работы над диссертацией обнаружена и экспериментально доказана возможность поддерживать необходимую высоту плотного слоя песков в рабочей зоне по изменению границы колебаний в пульсационной камере аппарата. На основании этого предложен способ автоматического управления и контроля процесса в колонном аппарате, работающем в режиме накопления и поддержания плотного слоя песков, представленный на рисунке 13.

Необходимая высота плотного слоя устанавливается экспериментально и поддерживается работой датчиков верхнего 6 и нижнего 7 уровней, которые через вторичный прибор 8 подают команду на закрытие и открытие клапана 9. На данный способ получен патент РФ №2530941.

В четвертой главе приведены результаты полупромышленных испытаний. На Опытном Химико-Технологическом Заводе АО «ВНИИХТ» была испытана технологическая схема переработки руд Эльконского месторождения, предусматривающая измельчение руды в режиме «загрубленного» помола (содержание класса плюс 0,1 мм до 35-45 %), автоклавное выщелачивание урана, выделение и промывку песков в колонном аппарате с пульсационным перемешиванием и последующую сорбцию из пульп.

Процесс классификации твердого материала и промывки песков от растворенного урана проводили в колонном аппарате с пульсационным перемешиванием диаметром 200 мм и высотой 5,4 м, работающем в режиме накопления и поддержания плотного слоя песков. В опытах при средних показателях плотности исходной пульпы 1583 кг/м^3 (Ж : Т=0,84 : 1), удельной производительности 117 т/(м^{2}сутки), удельном расходе промывной воды 2,25 м^3/т твердого материала получены: пульпа верхнего слива плотностью 1150-1160 кг/м^3 с содержанием частиц класса плюс 0,1 мм менее 1 % и промытые пески плотностью 1667 кг/м^3 (Ж : Т=0,53 : 1) с содержанием частиц класса минус 0,074 мм на уровне 2,2 %. Эффективность отмывки составила 99,99 %, эффективность классификации – 97 %. Всего было переработано 5,5 м^3 пульпы, полученной после автоклавного выщелачивания.

Анализ проб, отобранных по высоте аппарата, показал, что содержание урана в жидкой фазе существенно снижается в нижней части колонного аппарата, где накапливался и поддерживался в период всей работы плотный слой песков. Результаты анализа представлены в таблице 3.

Таблица 3 – Изменение концентрации урана в жидкой фазе по высоте колонного аппарата

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

Исследование колонного аппарата с пульсационным перемешиванием также проводили в Опытном гидрометаллургическом цехе ПАО «ППГХО» («Приаргунское производственное горно-химическое объединение») в ходе полупромышленных испытаний технологической схемы, предусматривающей раздельное выщелачивание песков и шламов.

Колонный аппарат диаметром 210 мм был изготовлен по рабочим чертежа АО «ВНИИХТ». В результате классификации и промывки песков в колонном аппарате с пульсационным перемешиванием при удельном расходе промывной воды 1,1 м^3/т твердого,

удельной производительности по твердому 124 т/(м^{2}сутки) эффективность отмывки урана от песков составила 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 %. Аппарат работал в режиме накопления и поддержания плотного слоя песков.

Результаты полупромышленных испытаний подтвердили высокую эффективность предложенных приемов ведения процесса классификации и промывки. Также были отработаны способы регулирования и контроля работы аппарата в условиях накопления плотного слоя.

В пятой главе изложена методика расчета высоты рабочей зоны промышленного колонного аппарата диаметром 1500 мм, на основе теории массообменных процессов, с учетом влияния продольного перемешивания в сплошной и дисперсной фазах, и накопления и поддержания плотного слоя песков.

Исходные данные были получены при проведении процесса в колонном аппарате с пульсационным перемешиванием диаметром 70 мм и высотой обечайки 2,5 м. Аппарат работал при удельном расходе промывной воды 2 м^3/т твердого, удельной производительности по твердому 120 т/(м^{2}сутки), интенсивности колебаний 650 мм/мин. Эффективность отмывки составила 99,98 %. Содержание песков класса плюс 0,1 мм в верхнем сливе около 1,5 %. Содержание урана во влаге промытых песков – 0,001 г/дм^3. Количество частиц класса минус 0,074 мм в нижней разгрузке не превышало 2 %.

Для достижения более высоких показателей отмывки в нижней рабочей зоне аппарата накапливали плотный слой песков высотой 0,7 м. В результате этого в рабочей зоне аппарата образовывались два слоя: верхний – высотой 1,8 м, в котором движение песков происходило в условиях свободного осаждения, и нижний – более плотный. Поэтому в уравнение (2) для расчета высоты рабочей зоны колонного аппарата было введено дополнительное слагаемое, и уравнение приобрело вид:

$$H_p = h'_{x1} \times n_{cв} + h'_{x2} \times n_{cm} \quad , \qquad (8)$$

где h'_{x1} и h'_{x2} – кажущиеся высоты единицы переноса, учитывающие влияние продольного перемешивания, для зоны свободного осаждения песков и плотного слоя, соответственно, м; $n_{cв}$ и n_{cm} – число единиц переноса для зоны свободного осаждения песков и плотного слоя, соответственно.

Величины h'_{x1} и h'_{x2} определяются по уравнениям:

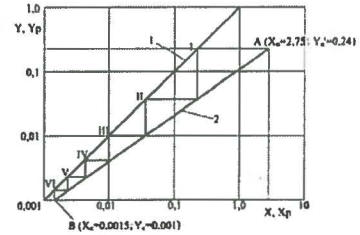
$$h'_{x1} = h_{x1} + \frac{E_{d1}\Phi_1 q_c}{V_d} + \frac{E_{c1}(1-\Phi_1)q_c}{V_c}, \qquad (9)$$

$$h'_{x2} = h_{x2} + \frac{E_{d2}\Phi_2 q_c}{V_d} + \frac{E_{c2}(1-\Phi_2)q_c}{V_c}, \qquad (10)$$

где h_{x1} и h_{x2} – высоты слоев, соответствующих одной единице переноса, для зоны свободного осаждения песков и плотного слоя, соответственно, м; V_d и V_c – объемный расход сплошной и дисперсной фаз, см^3/с; q_c – площадь поперечного сечения промышленного аппарата, см^2; E_{d1} и E_{c1} – коэффициенты продольного перемешивания, соответственно, дисперсной и сплошной фаз для зоны свободного осаждения, см^2/с; E_{d2} и E_{c2} – коэффициенты продольного перемешивания соответственно дисперсной и сплошной фаз для зоны плотного слоя песков, см^2/с; Φ_1 и Φ_2 – объемные концентрации твердого для зоны свободного осаждения песков и плотного слоя, соответственно.

Экспериментально определяли, что Φ_1=0,27, Φ_2=0,41. Графоаналитическим способом, представленным на рисунке 14, определяли $n_{cв}$ и n_{cm}, которые составили 3 для первого и 3 для второго случая, и рассчитывали h_{x1} и h_{x2}. В результате h_{x1} составила 0,6 м, а h_{x2} – 0,23 м.

Коэффициенты E_{d1} и E_{c1} принимали на основании экспериментальных данных для сорбционного колонного аппарата с пульсационным перемешиванием диаметром 1500 мм, (рекомендовано E_c=12÷15 см^2/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 см^2/с, а E_d=2,45 см^2/с. Во всех лабораторных опытах величины E_{d1} и E_{c1} для слоя свободного осаждения превышали E_{d2} и E_{c2} для плотного слоя. С запасом, не имея опытных данных для промышленного аппарата, E_{d2} и E_{c2} принимаем равными E_{d1} и E_{c1}.



1 – линия равновесия идеального процесса; 2 – линия рабочих концентраций;
I-VI – ступени промывки
Рисунок 14 – График изменения концентраций по ступеням процесса

Подставляя численные значения в уравнения (9) и (10), получаем: h'_{x1}=1,25 м, h'_{x2}=0,96 м и рассчитываем высоту рабочей зоны аппарата H_p по уравнению (8), которая составила 7 м. Рассчитано, что для достижения таких же высоких результатов отмывки ценного растворимого вещества в промышленном колонном аппарате, работающем в режиме свободного осаждения песков, высота его рабочей зоны должна быть не менее 9 м.

Таким образом, предложенный нами режим ведения процесса позволяет достигнуть эффективности отмывки 99, 98 % и снизить (на 20 %) расход материальных ресурсов.

В шестой главе рассмотрены перспективы использования колонных аппаратов с пульсационным перемешиванием в гидрометаллургии урана, цветных и редких металлов. Приведены исходные данные на проектирование аппарата диаметром 400 мм и высотой 8,3 м, который предполагается разместить в опытном цехе ПАО «ППГХО», в связи с разработкой принципиально новой технологической схемы комплексной переработки руд Эльконского месторождения. На основании выполненных исследований выданы исходные данные на проектирование промышленного аппарата диаметром 2000 мм, показанного на рисунке 15, с расчетом материального баланса.

Специалистами АО «ВНИПИпромтехнологии» дана независимая, объективная оценка предлагаемой технологической схемы и составлено обоснование инвестиций № А–242–08 при проектировании промышленного предприятия по переработке руд Эльконского месторождения с производительностью 10000 т руды в сутки, где приведено сравнение различных технологий.

Отмечено, что технологическая схема, предусматривающая установку 24 колонных аппаратов с пульсационным перемешиванием диаметром 2000 мм с использованием рекомендуемой системы автоматического регулирования, позволяет снизить энергозатраты на производство более чем на 30 %, общий расход материалов на 20-25 %, численность обслуживающего персонала на 3-5 % и сократить ежегодный расход ионообменных смол на 60 % в сравнении с другими вариантами переработки руд. При этом экономический эффект за счет снижения расхода смол на операции сорбции составит 60 млн. рублей.

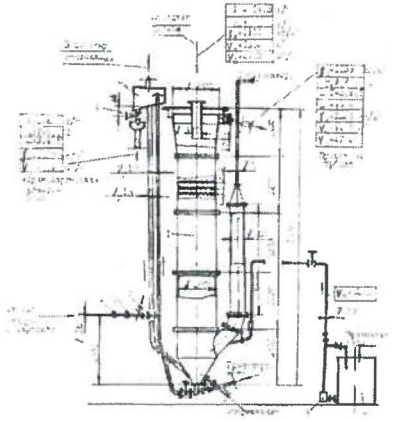


Рисунок 15 – Общий вид колонного аппарата с пульсационным перемешиванием, рекомендованный для промышленного использования

Общие выводы по работе

1 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.

2 На основании теоретических и экспериментальных исследований предложен новый режим классификации и промывки пульпы автоклавного выщелачивания в пульсационной колонне, с использованием накопленного в нижней части аппарата плотного слоя песков, что позволяет сократить до 5 % содержание песков класса плюс 0,1 мм в пульпе, поступающей на сорбцию, и, тем самым, снизить потери сорбента, а также достигнуть эффективности отмывки ценных растворимых веществ до уровня 99,9 %, снизить потери урана с отвальными песками за счет уменьшения его содержания в жидкой фазе до 0.001 г/дм^3.

3 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.

4 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.

5 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.

6 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.

7 Проведены полупромышленные испытания технологических схем с использованием колонных аппаратов с пульсационным перемешиванием диаметром 200 мм на ОХТЗ «ВНИИХТ» и изготовленного по рабочим чертежам АО «ВНИИХТ» диаметром 210 мм в опытном цехе «ППГХО», которые подтвердили высокую эффективность предложенных приемов ведения процесса классификации и промывки.

8 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.

9 Выданы исходные данные, на основании которых специалистами АО «ВНИПИпромтехнологии» составлено обоснование инвестиций № А-242-08 при проектировании Эльконского горно-металлургического комбината с производительностью до 10000 т руды в сутки, где показаны конкурентные преимущества технологической схемы с использованием колонных аппаратов в части снижения энергозатрат на производство, общего расхода материалов и численности обслуживающего персонала.

Список опубликованных работ по теме диссертации:

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

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

3 Пат. 2530941 Российская Федерация, МПК B03B 5/62, B03B 13/00. Способ регулирования процесса классификации твердого материала в вертикальном потоке с пульсационным перемешиванием / 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.

4 Толкачев, В.А. Разделение пульп и промывка песков в колонных аппаратах с пульсационным перемешиванием в технологии урана / В.А. Толкачев, Д.В. Майников // Труды Второго международного симпозиума «Уран: ресурсы и производство». – М.: ВИМС, 2008. – С. 116.

5 Майников, Д.В. К вопросу применения колонных аппаратов с пульсационным перемешиванием для классификации твердого материала, выделения и промывки песков перед сорбцией урана / Д.В. Майников // Конференция молодых ученых и специалистов, посвященная 60-летию ОАО «ВНИИХТ»: сборник тезисов докладов. – М.: ВИМС, 2011. – С. 11.

6 Майников, Д.В. Классификация твердого материала и промывка песков в колонных аппаратах с пульсационным перемешиванием перед процессами сорбционного извлечения редких, цветных и радиоактивных металлов / Майников Д.В. // VIII Российская ежегодная конференция молодых научных сотрудников и аспирантов «Физико-химия и технология неорганических материалов»: сборник материалов. – М.: ИМЕТ РАН, 2011. – С.532-533.

7 Майников, Д.В. Исследование процесса отмывки растворимых веществ от песков в колонных аппаратах с пульсационным перемешиванием в технологии переработки рудного сырья / Д.В. Майников // IV Всероссийская конференция по химической технологии: сборник тезисов докладов. – М.: ИОНХ РАН, 2012. – т. 4 – С. 184-185.

8 Кириченко, Д.В. Использование колонных аппаратов с пульсационным перемешиванием в производстве неорганических материалов / Д.В. Кириченко, Д.В.Майников // Тезисы докладов XIV Международной научно-технической конференции «Наукоемкие химические технологии – 2012». – М.: МИТХТ, 2012 – С. 318.

9 Майников, Д.В. Результаты полупромышленных испытаний процесса выщелачивания урана текущей добычи с загрублением помола в опытном цехе ЦНИЛ предприятия ОАО «ППГХО» / Д.В. Майников // Труды 7-ой Конференции молодых ученых и специалистов ОАО «ВНИИХТ», посвященной Дню химика. – М. : ВИМС, 2013. – С.8-9.

10 Толкачев, В.А. Использование колонных аппаратов с пульсационным перемешиванием в гидрометаллургии урана / В.А. Толкачев, Д.В. Майников // Тезисы Третьего Международного симпозиума «Уран: геология, ресурсы и производство». – М.: ВИМС, 2013. – С. 159-160.

11 Толкачев, В.А. Применение колонных аппаратов с пульсационным перемешиванием перед сорбционной переработкой пульп / В.А. Толкачев, Д.В. Майников // 2-я Российская конференция с международным участием «Новые подходы в химической технологии минерального сырья. Применение экстракции и сорбции»: материалы научной конференции. – Апатиты: Изд. Кольского научного центра РАН, 2013. – С. 188-189.

12 Толкачев, В.А. Использование колонных аппаратов с пульсационным перемешиванием для выделения и промывки песков в гидрометаллургии / В.А. Толкачев, Д.В. Майников // III Международная конференция по химии и химической технологии: сборник материалов. – Ереван: ИОНХ НАН РА, 2013. – С. 522.

13 Майников, Д.В. Влияние плотного слоя на процесс выделения песков и отмывки ценных растворимых компонентов в колонном аппарате с пульсационным перемешиванием / Д.В. Майников // 8-я конференция молодых ученых и специалистов АО «ВНИИХТ», посвященная 100-летию со дня рождения академика РАН Б.Н. Ласкорина: Сборник тезисов докладов. – М.: ФГУП «ВИМС», 2015 – С. 23.