

含钒钢渣浸出矿浆多级连续逆流 洗涤试验研究

方 臣

(长沙矿冶研究院有限责任公司, 湖南 长沙 410012)

摘 要: 含钒钢渣浸出矿浆絮凝浓缩提高浓度, 然后采用多级连续逆流洗涤工艺将高浓度矿浆液相内的钒离子洗脱至洗液用于后续回收。通过絮凝沉降试验对洗涤工艺中的沉降参数进行研究, 确定了钒渣浸出矿浆适用的絮凝剂为 APAM-625V, 用量 40 g/t, 最佳初始矿浆浓度 10%, 各级洗涤矿浆底流浓度 62%。利用洗涤各级的物料平衡原理, 列出钒离子在各级溶液组分的“一次多元联立方程组”, 计算出在洗涤液固比为 1, 洗涤级数 5 的条件下, 钒离子的理论洗涤效率为 97%。以计算出的洗涤工艺参数进行多级连续逆流洗涤试验验证, 钒离子的洗涤效率为 96.4%, 与理论计算结果基本一致。

关键词: 提钒; 含钒钢渣; 酸浸液; CCD 逆流洗涤; 浓密机; 洗涤效率

中图分类号: TF841.3, X757

文献标志码: A

文章编号: 1004-7638(2023)01-0020-06

DOI: 10.7513/j.issn.1004-7638.2023.01.005

开放科学(资源服务)标识码(OSID):



听语音
与作者互动
聊科研

Experimental study on multistage continuous countercurrent decantation for vanadium containing leaching ore pulp

Fang Chen

(Changsha Research Institute of Mining and Metallurgy Co., Ltd., Changsha 410012, Hunan, China)

Abstract: After acid leaching of vanadium-bearing steel slag, the slurry is flocculated and concentrated to produce high-concentration leached slag. For subsequent recovery of vanadium ions, the multistage continuous countercurrent decantation is used to wash the leached residue. Through the flocculation sedimentation experiment, it is determined that the suitable flocculant for this pulp is APAM-625V, the dosage is 40 g/t, the optimal initial feed concentration is 10%, and the pulp underflow concentration after washing at each levels is 62%. Based on the principle of material balance of each washing stage in the washing process, the “first-order multivariate simultaneous equations” of the solution components of the vanadium slag leaching pulp in the washing process were calculated. The results of theoretical calculation show that the washing efficiency of vanadium ion is 97% under the condition of washing liquid-solid ratio of 1 and washing order of 5. The vanadium ion washing efficiency is 96.4% in the continuous countercurrent decantation experimentation research, which is basically consistent with the theoretical calculation results.

Key words: vanadium extraction, vanadium-bearing steel slag, acid leaching liquid, continuous countercurrent decantation (CCD), thickener, washing efficiency

收稿日期: 2022-12-14

作者简介: 方臣, 1988 年出生, 男, 湖北人, 硕士, 工程师, 主要从事矿物加工选冶技术及装备的研究工作, E-mail: fc95@hnu.edu.cn。

0 引言

含钒钢渣产生于钒钛磁铁矿的炼钢过程,我国作为钢铁生产大国,含钒钢渣年排放量近百万吨,且每年以数十万吨的速度在增加。含钒钢渣中 V_2O_5 含量约 1%~4%,具有较高的利用价值,近年来科研工作者开展了大量关于含钒钢渣提钒的工艺研究,主要分为火法和湿法两种^[1]。含钒钢渣湿法提钒工艺核心思路为“原料预处理-浸出-浸出液富集提钒”,其中浸出液富集提钒采用多级连续逆流洗涤(CCD 逆流洗涤^[2]),可实现钒的高效富集,是含钒钢渣湿法提钒的重要工序。

CCD 逆流洗涤工艺设计主要包括浓密机选型及洗涤参数的选定。目前对于浓密机选型试验,已有的研究多局限于絮凝沉降静态试验,即在沉降筒内混合矿浆与絮凝剂进行沉降试验,绘制沉降曲线,然后根据已有的理论公式或工程经验来计算浓密机面积。CCD 逆流洗涤参数的确定则通过计算或计算机模拟的方式来完成。笔者设计了 CCD 逆流洗涤的系统试验方法,并以含钒钢渣浸出矿浆进行了试验研究,验证了采用各级物料平衡的“一次多元联立方程组”进行理论计算洗涤级数和洗水液固比的准确性。

1 试验原料

试验原料为某含钒钢渣的浸出矿浆,质量浓度为 25%,矿浆液相中钒的含量为 2.06 g/L,矿浆固体粒径 75 μm 以下含量占 79.6%,37 μm 以下占 63.4%。

试验包括絮凝沉降浓密试验和 CCD 逆流洗涤试验。絮凝沉降浓密的静态试验在规格为 1 000 mL 的沉降筒内进行,选出最优的絮凝剂、絮凝剂用量和最佳给料浓度。动态试验在 $\varnothing 180\text{ mm}$ 浓密机模型试验机内进行,确定洗涤浓密机可达到的底流浓度。

设定洗涤效率的目标值并代入物料平衡方程组计算出洗涤级数、洗水液固比以及各级洗涤水中钒离子理论含量。按最优絮凝沉降浓密条件制备底流矿浆,作为 CCD 逆流洗涤试验的初始来料,洗水用原始矿浆静置后的上层清液稀释,稀释比例根据理论计算出的钒离子理论含量来确定。在 $\varnothing 180\text{ mm}$ 浓密机模型试验机内将洗水与底流混合均匀,模拟洗涤过程,洗涤完成后静置絮凝沉降,得到的底流作

为下一级洗涤原料,重复进行下一级的洗涤试验,直至各级洗涤完成后取溢流水测定钒离子含量,计算洗涤效率,验证理论计算值的准确性。

2 絮凝沉降浓密试验

浓密机是 CCD 逆流洗涤的主体设备,用来控制和稳定进入后继作业的矿浆浓度。具有桥架及多支链结构的有机高分子絮凝剂与矿浆在浓密机内混合均匀,在絮凝剂的桥联作用下形成网状结构的固体颗粒絮团,当絮团捕获、连结足够多的固体微颗粒后,在其自身重力作用下加速沉降,实现液固分离,制得高浓度的浓密底流。一般认为,对 CCD 逆流洗涤工艺而言,絮凝沉降速度越快,浓密底流浓度越高,则洗涤效果越好,因此在进行 CCD 逆流洗涤之前通常采用絮凝沉降浓密试验确定最优的沉降条件,主要包括絮凝剂的选型及用量、矿浆最佳初始浓度及底流浓度。

2.1 絮凝剂选型

CCD 逆流洗涤浓密机常用的絮凝剂为聚丙烯酰胺(PAM),聚丙烯酰胺是分子量从几百万至几千万的高分子水溶性有机聚合物。根据其水溶液中解离电性可分为阴离子型、阳离子型及非离子型;按照分子量由小到大可分为四种:低分子量(<100 万)PAM 主要用作粘合剂、油墨分散剂等,中等分子量(100~1 000 万)PAM 主要用作造纸行业的纸张增强剂,高分子量(1 000~1 500 万)PAM 主要用作水处理絮凝剂,较高分子量(>1 700 万)PAM 主要用于油田的三次采油。因 CCD 逆流洗涤的原料矿浆对絮凝剂有不同的适用性,因此需进行选型试验确定适用于该含钒钢渣浸出矿浆的絮凝剂型号。

配制质量浓度为 10% 的含钒钢渣浸出矿浆和浓度 0.1% 的不同型号絮凝剂。在沉降筒内将絮凝剂和矿浆混合均匀并静置沉降,观察对比矿浆沉降速度及上层溶液澄清情况,平行对比试验初选出 3 种较适宜的絮凝剂。对初选出的 3 种絮凝剂进行沉降速度对比试验,记录沉降筒内矿浆的泥层高度,绘制出沉降高度与时间的关系曲线,结果如图 1 所示,确定最优的絮凝剂为 625V 阴离子聚丙烯酰胺(APAM)。

2.2 絮凝剂用量

试验配制质量浓度为 6%、8%、10%、12%、14% 的含钒钢渣浸出矿浆,分别按 30、40、50 g/t 的用量加入 625V 型絮凝剂溶液,记录沉降筒内矿浆

的泥层高度,试验结果如图2所示,由图2可以看出,初始浓度6%、8%、10%、12%的含钒钢渣浸出矿浆絮凝沉降速度快,初始浓度14%时矿浆沉降速度明显放缓。絮凝剂用量40 g/t时,矿浆在1 min内完成快速沉降过程。

2.3 初始矿浆浓度

矿浆浓度对絮凝沉降效果影响较大,浓度过高,絮凝剂支链成长空间受限,且矿浆密度大难以依靠颗粒自重沉降,导致沉降过程变得极其缓慢;浓度过低,固体微颗粒被絮凝剂桥联捕获的几率降低,且沉降固体量较小,浓密机单位面积处理量小,设备选型往往需要更大直径的浓密机,会增加建设成本,因此有必要研究初始矿浆浓度。

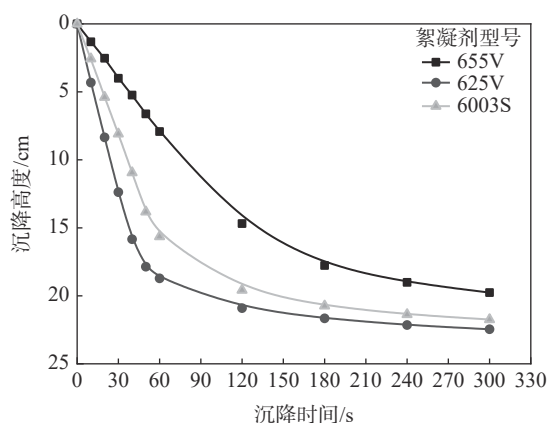


图1 絮凝剂选型试验沉降高度与时间关系
Fig. 1 Relationship between sedimentation height and time in flocculant selection test

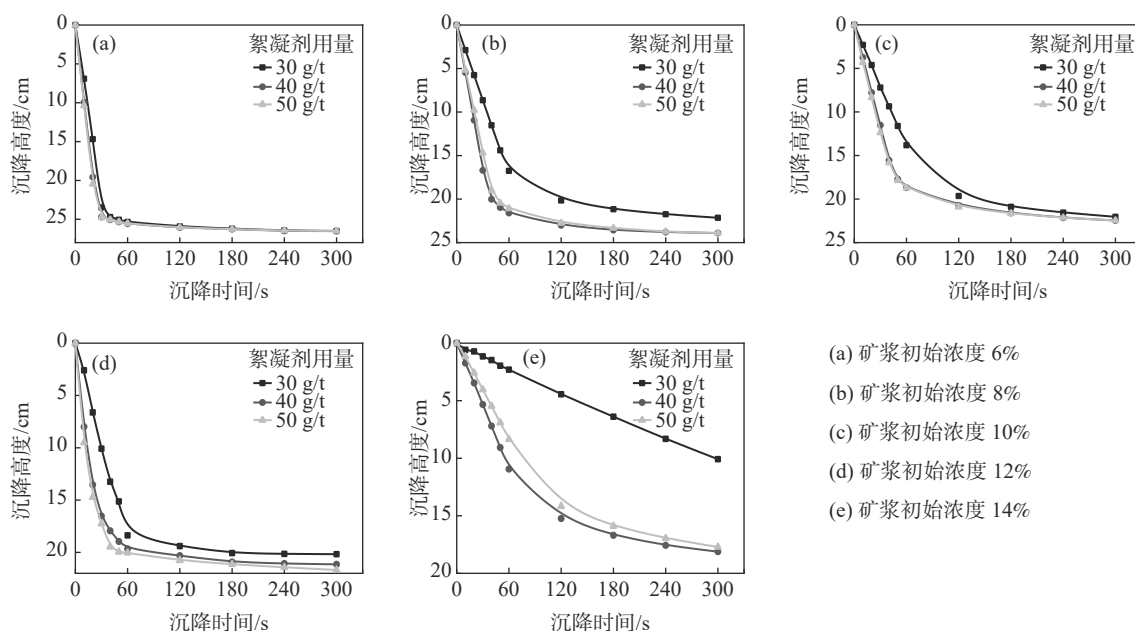


图2 絮凝剂用量试验沉降高度与时间关系
Fig. 2 Relationship between sedimentation height and time in flocculant dosage test

前文可知,浓密机内矿浆给料浓度应低于14%,而最佳浓度由絮凝沉降的固体通量来衡量。固体通量的定义为单位时间内垂直通过单位面积所传递的固体物理量,固体通量值越大,浓密机选型面积越小。矿浆初始浓度低,沉降速度快,但单位体积沉降的固体量小,矿浆浓度高,沉降速度慢,单位体积的固体含量高,因此固体通量在不同初始浓度的沉降条件下存在一个极大值。上节中絮凝剂用量40 g/t,不同初始矿浆浓度的沉降数据可用来计算固体通量,结果如图3所示,含钒钢渣浸出矿浆絮凝沉降最佳初始浓度为10%。

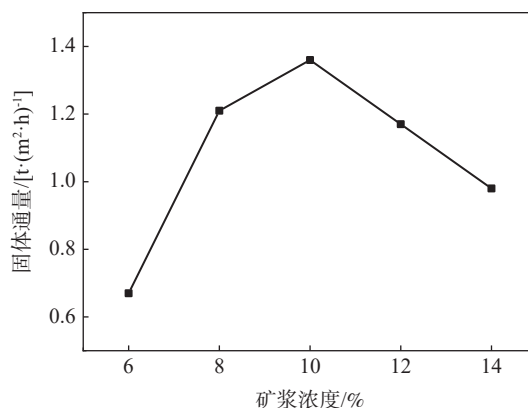


图3 含钒钢渣浸出矿浆絮凝沉降固体通量与浓度的关系
Fig. 3 Relationship between solid flux and concentration of leaching residue flocculation settlement

2.4 底流浓度

浓密机底流浓度是影响 CCD 逆流洗涤效果的关键因素。在上述最佳浓密条件下进行连续给料动态浓密试验, 蠕动泵将含钒钢渣浸出矿浆和絮凝剂溶液送入 $\varnothing 180$ mm 浓密机模型试验机内, 从试验机底部泵出底流矿样。动态浓密试验中, 以上节计算出的固体通量极大值和试验机沉降面积换算出给料速度, 连续给料排料使矿浆动态平衡, 泥层的高度稳定不变对浓密底流取样测定浓度为 56.3%。

工业上应用的浓密机池体高度可根据底流浓度要求进行设计, 浓密后矿浆在池体内停留一定时间, 依靠泥层自重压缩底流, 可以提高浓度。动态浓密试验完成后, 在试验机内进行了底流压缩试验, 结果见表 1。底流压缩极限浓度可达到 65.26%, 底流浓度大对浓密机耙架动力输出要求更高且浓密机池体过高会增大工程造价, 应尽量避免矿浆在池体内长时间停留, 该含钒钢渣浸出矿浆 CCD 逆流洗涤的适宜底流浓度为 62%。

表 1 浓密底流压缩浓度试验结果

Table 1 Test results of dense underflow compression concentration

压缩时间/min	底流浓度/%
40	58.70
60	60.25
195	64.40
300	65.00
315	65.26

3 CCD 逆流洗涤计算

CCD 逆流洗涤工艺流程如图 4 所示, 原料为含钒钢渣浸出矿浆浓缩后的底流, 从一级洗涤 (CCD1) 进入, 逐级洗涤并依次向后传递, 最终从最后一级排出; 洗水与原料反向, 从最后一级进入, 每级的溢流进入前一级作为洗涤水, 最终从 CCD1 排出, 完成洗涤过程^[3]。

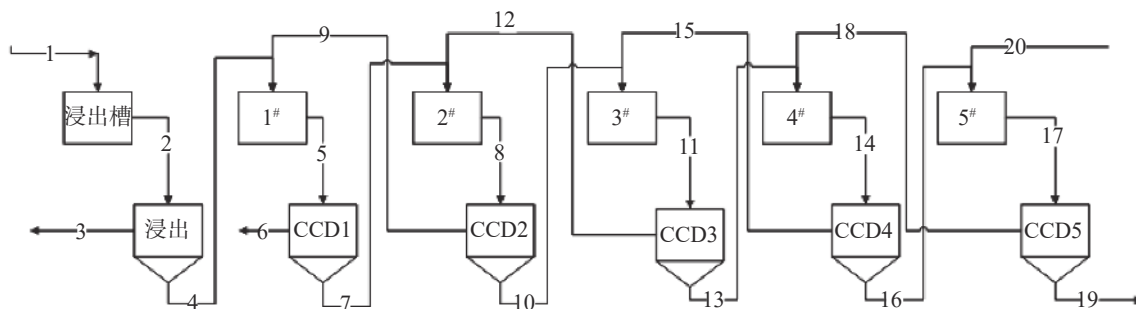


图 4 CCD 逆流洗涤浓密机流程示意

Fig. 4 Flow diagram of CCD countercurrent washing thickener

CCD 逆流洗涤是将夹杂在底流中的液体通过与溶液再混合沉降的方式将其转移到洗液中, 因此, 考察 CCD 逆流洗涤的指标为洗涤效率, 洗涤效率的影响因素有底流浓度、洗涤级数、洗水液固比及液固混合效率^[4]。通常在絮凝沉降浓密试验完成后, 需进行动态模拟试验确定洗水液固比及洗涤级数, 但由于试验变量因子较多且各因子可取值范围广, 导致试验流程长, 操作复杂^[5]。因此, 笔者利用洗涤过程钒在各洗涤级的物料平衡的原理, 列出一次多元方程组并求解计算出洗涤级数、洗水液固比, 并设计 CCD 逆流洗涤试验验证理论计算的准确性。

含钒钢渣浸出矿浆浓度为 25%, 经絮凝浓缩后浓度 62% 的底流作为 CCD 逆流洗涤原料, 按要求的洗水液固比与洗水混合后, 料浆浓度仍高于最佳

初始浓度 10%, 在浓密机给料井内引流浓密机上层清液自稀释至 10%, 不需加入外部清水稀释。设定钒的洗涤效率为 97%, 矿浆总量为 100 t, 混合效率按工程经验取 95%, 计算数据见表 2, 理论计算出洗水液固比为 1, 洗涤级数为 5, 洗涤后矿浆中钒含量由 2.06 g/L 降至 0.062 g/L。

4 CCD 逆流洗涤试验

1) 按最优絮凝沉降条件对含钒钢渣浸出矿浆进行浓缩, 制备成浓度 62% 的底流矿浆, 作为 CCD 逆流洗涤试验的初始来料。

2) 各级洗涤水的制备: 含钒钢渣浸出矿浆液相中钒的含量为 2.06 g/L, 据表 2 中各级溢流水中钒的含量, 按比例稀释原始矿浆静置后的上层清液制

成洗水,下一级的溢流为本级的洗涤水。

3)在 $\varnothing 180$ mm 浓密机模型试验机内将洗水与上级底流混合均匀,洗水液固比 1,添加 APAM 絮凝剂 625V,用量 40 g/t,充分混匀模拟洗涤过程,洗

涤完成后静置絮凝沉降,得到的底流作为下一级洗涤原料,各级底流取样测定浓度,5 级洗涤完成后的溢流水取样测定钒含量。

CCD 逆流洗涤各级底流浓度如表 3 所示。

表 2 CCD 逆流洗涤理论计算结果
Table 2 Theoretical calculation results of CCD countercurrent washing

		固体量/t	液体量/t	矿浆总量/t	固体浓度/%	钒金属浓度/(g·L ⁻¹)
浸出矿浆浓密	进料	25	75	100	25	2.06
	溢流	0	60	60	0	2.06
	底流	25	15	40	62	2.06
CCD1	进料	25	40	65	38	2.06
	溢流	0	25	25	0	1.059
	底流	25	15	40	62	1.059
CCD2	进料	25	40	65	0	1.059
	溢流	0	25	25	0	0.606
	底流	25	15	40	62	0.606
CCD3	进料	25	40	65	38	0.606
	溢流	0	25	25	0	0.332
	底流	25	15	40	62	0.332
CCD4	进料	25	40	65	38	0.332
	溢流	0	25	25	0	0.163
	底流	25	15	40	62	0.163
CCD5	进料	25	40	65	38	0.163
	溢流	0	25	25	0	0.062
	底流	25	15	40	62	0.062
洗涤清水		0	25	25	0	0

表 3 CCD 逆流洗涤各级底流浓度
Table 3 CCD countercurrent washing underflow concentration at all levels

洗涤级别	底流浓度/%
CCD1	61.3
CCD2	61.2
CCD3	60.5
CCD4	61.4
CCD5	61.2

CCD5 溢流水中钒采用 ICP-MS 元素定量分析,含量为 74.2 mg/L,计算洗涤效率为 96.4%。多元方程组法计算出的 CCD 逆流洗涤参数是在理想状态下得到的,假定了各级浓密机内溶液密度和底流固体浓度均相同,且不考虑化学反应及环境温度的影

响,实际中这种理想条件是很难达到的^[6]。笔者设计的 CCD 逆流试验对于洗涤用底流矿浆和洗水均严格按照配制完成后即时连续试验的原则,严格控制试验时间,各级洗涤试验操作规范一致,有效降低了试验误差。试验结果表明,含钒钢渣浸出矿浆 CCD 逆流洗涤试验得到的洗涤效率与理论计算值基本一致。

5 结论

1)以含钒钢渣的浸出矿浆 CCD 逆流洗涤回收钒为例,介绍了 CCD 逆流洗涤试验的方法,包括絮凝沉降浓密试验、洗涤参数计算及试验验证。

2)在 APAM 絮凝剂 625V 用量 40 g/t,初始给料浓度 10%,洗涤液固比 1,洗涤级数为 5 的条件下,

经 CCD 逆流洗涤后钒的含量由 2.06 g/L 降至 74.2 mg/L, 洗涤效率为 96.4%。

3) 经试验验证, 采用 CCD 逆流洗涤工艺回收含钒钢渣浸出矿浆中的钒, 可采用多元方程组法高效、准确地计算出洗涤级数和洗涤液固比。

4) 对含钒钢渣浸出矿浆多级连续逆流洗涤提出的试验思路及方法具有科学准确、操作可行的特点, 可避免采用理论方法计算 CCD 逆流洗涤参数而产生

的较大偏差, 这种试验方法及其得到的技术指标对于相关的工程设计和生产过程控制均有很强的指导意义。

5) 在后续研究工作中, 可采用本文中的试验方法验证另一种常用的 CCD 逆流洗涤计算公式, 即苏联学者 E. П. Тюфтин 公式的适用性与准确度。同时可尝试将试验方法应用于其它类别矿浆 CCD 逆流洗涤的工艺研究, 使之得到更广泛的推广。

参考文献

- [1] Monakhov I N, Khromov S V, Chernousov P I, *et al.* The flow of vanadium-bearing materials in industry[J]. Metallurgist, 2004, 48(7-8): 381-385.
- [2] Zhou Xinglong. Methods for settlement experiment of slurry in the measuring cylinder[J]. Nonferrous Metals(Mineral Processing Section), 2005, (5): 30-32.
(周兴龙. 量筒内进行矿浆沉降试验的方法[J]. 有色金属(选矿部分), 2005, (5): 30-32.)
- [3] Jiang Zuzhao. Application and comparison of several computational countercurrent decantation washing methods[J]. Nonferrous Metals(Extractive Metallurgy), 1978, (3): 53-56.
(蒋祖昭. 几种计算逆流倾析洗涤方法的应用和比较[J]. 有色金属(冶炼部分), 1978, (3): 53-56.)
- [4] Yin Shuyan, Lu Yeda. Equipment selection and calculation of CCD circuit[J]. Equipment and Automation, 2010, (5): 37-40.
(殷书岩, 陆业大. CCD 逆流洗涤设备选型及计算方法[J]. 设备及自动化, 2010, (5): 37-40.)
- [5] Xiang Yun. Calculation of multi-effect countercurrent washing for thickener[J]. Nonferrous Metals(Extractive Metallurgy), 1973, (1): 62-66.
(翔云. 浓密机多效逆流洗涤的计算[J]. 有色金属(冶炼部分), 1973, (1): 62-66.)
- [6] Huang Liwei. Calculation method for multi-stage continuous countercurrent washing of leached pulp[J]. Mining&Metallurgy, 2009, (18): 50-53.
(黄利伟. 浸出矿浆多级连续逆流洗涤的计算方法[J]. 矿冶, 2009, (18): 50-53.)

编辑 杨冬梅

四川省政府与中科大、上海大学签署钒钛资源科研攻关等战略合作协议

12 月 13 日, 四川省人民政府分别与上海大学和中国科学技术大学以视频连线形式签署战略合作协议。未来, 四川省将同两所大学在科技、教育、人才交流等方面开展深度合作, 共同助推各项事业迈向高质量发展。至此, 四川省校战略合作“朋友圈”扩大到 32 所高校。

在与上海大学合作方面, 根据此次签署的战略合作协议, 未来省校双方将围绕先进材料、生物医药、电子信息、能源化工等重点产业, 共建一批联合实验室、产业(技术)创新中心等科创平台, 助力四川构建产业技术创新平台体系, 并加强在钒钛资源科研攻关、成果转化和创新平台建设等方面的深度合作, 提升科技创新原创力。在与中国科学技术大学合作方面, 根据此次签署的战略合作协议, 未来省校双方将围绕战略决策咨询、科技创新与成果转化、教育合作、人才交流与培养等重点领域签署战略合作协议, 聚焦航空航天、新一代信息技术、人工智能、生物医学、地球科学和天文学等前沿性研究领域和战略性新兴产业开展深入合作, 更好服务四川经济社会发展和中国科学技术大学“双一流”大学建设, 为国家高水平科技自立自强作出更大贡献。

摘自 <https://www.cbcie.com/news/1181384.html>