

# 新型混合澄清槽的澄清性能

王淑婵, 张延安, 赵秋月, 吕超

(东北大学 多金属共生矿生态化利用教育部重点实验室, 辽宁 沈阳 110819)

**摘 要:** 混合澄清槽是稀土生产过程中应用最广泛的萃取设备,其单级的澄清室与混合室体积比多在 2.5:1 以上,造成生产过程中占地面积大、稀土存槽量大、夹带损失高等不利影响.为解决此问题,设计了一种新型混合澄清槽,在澄清室增加搅拌圆筒,创新性采用紫外可见分光光度法考察不同条件下的水相夹带量以衡量其澄清性能,并与实际生产线测定结果对比.结果表明:适当的搅拌转速、离底高度和环盖尺寸等条件均有利于两相分离.环盖直径 30 mm、离底高度 13 cm 及搅拌转速低于 300 r/min 时,所测水相夹带量均小于实际生产线夹带量的 0.50%,满足实际生产要求.

**关键词:** 混合澄清槽;水相夹带量;搅拌转速;离底高度;环盖尺寸

中图分类号: TF 351.5      文献标志码: A      文章编号: 1005-3026(2014)04-0548-04

## Settling Performance of New Type Mixer-Settler

WANG Shu-chan, ZHANG Ting-an, ZHAO Qiu-yue, LYU Chao

(Key Laboratory of Ecological Utilization of Multi-metal Intergrown Ores of Education Ministry, Northeastern University, Shenyang 110819, China. Corresponding author: WANG Shu-chan, E-mail: wangshuchan@sina.com)

**Abstract:** Mixer-settler separator is the most widely used extraction equipment in rare earth production process. The volume ratio between single-stage settler and mixer in China's rare earth industry is generally above 2.5:1, which leads to a large floor area, high rare earth accumulation and high entrainment losses. To solve the problem, a new type of mixer-settler was designed, and a mixing cylinder was installed in the settler. The aqueous phase entrainment at the settler outlet was studied by ultraviolet visible spectrophotometry and was compared with the case of industrial production process. The experimental results showed that appropriate conditions are conducive to the two-phase separation after reducing the settler volume. When the diameter of the ring cover is 30 mm, impeller clearance over the tank bottom is 13 cm and mixing speed is within 300 r/min, the measured aqueous phase entrainment is less than the industrial result of 0.50%. This proves that the new type mixer-settler can meet the demand of industrial production.

**Key words:** mixer-settler; aqueous phase entrainment; mixing speed; impeller clearance over the tank bottom; ring cover size

混合澄清萃取槽是指在一容器内采用机械搅拌混合、在另一容器内靠重力自然澄清的萃取装置,是稀土分离生产过程中应用最广泛的萃取设备<sup>[1]</sup>. 目前对稀土萃取分离的研究正在不断深入,并逐渐走向工业化生产<sup>[2]</sup>. 但目前我国稀土生产企业使用的混合澄清槽中单级的澄清室与混合室体积比多在 2.5:1 以上,导致在生产过程中

造成占地面积大、稀土存槽量大、夹带损失高、生产效率低等不利因素,这也成为了稀土工业中的瓶颈问题.

近几年来,围绕提高萃取效率,国内外都设计出了许多具有不同内部结构的混合澄清萃取槽<sup>[3-5]</sup>,如改进澄清萃取槽制作材料,在澄清萃取槽内添加挡板,变单级为多级,改变澄清室形状

等. 但该类方法无法大幅度降低萃取槽的澄清室体积, 因而很难从根本上解决上述问题<sup>[6-8]</sup>.

若减小澄清室体积的同时亦满足工业要求, 把水相与有机相分离时间缩短到与混合时间相匹配, 将是该工业发展的巨大推动.

# 1 实验设备与方法

## 1.1 实验设备

混合澄清槽是一种串级式萃取设备, 分为混合室和澄清室, 原料液和萃取剂进入混合室受搅拌而良好接触, 在室内存留一段时间, 经充分传质后流入澄清室, 两液相的混合物在此借重力分为轻重两液层, 使萃取相和萃余相得以分别流出.

按照工业生产系统的流程, 本文设计了新型混合澄清萃取槽实验装置, 缩小澄清室体积后并加入搅拌圆筒进行二次搅拌分离. 自行设计的澄清室带搅拌圆筒的萃取槽实物图如图 1 所示.

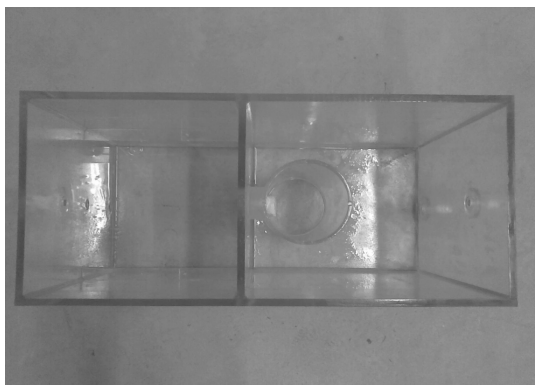


图 1 澄清室带搅拌圆筒萃取槽实物图  
Fig. 1 Photo of extraction tank with centrifugal cylinder

按照澄清槽体积: 混合槽体积 = 1.25:1 设计新型混合澄清槽, 远小于工业上体积比 2.5:1, 其中混合室尺寸为 200 mm × 200 mm × 300 mm; 澄清室尺寸为 250 mm × 200 mm × 300 mm. 两室中间有一溢流孔, 澄清室离心圆筒内径 95 mm, 外径 100 mm, 高 220 mm. 离心圆筒上方加可拆卸环盖. 环盖可分为两种, 一种为内径 50 mm, 另一种为内径 30 mm.

本实验中混合室采用六直叶圆盘涡轮桨<sup>[9-10]</sup>, 直径为混合室宽度的 1/2, 搅拌转速控制在 450 r/min 左右, 保证有机相与水相充分混合. 澄清室在搅拌圆筒中搅拌, 因径比高、体积小, 采用最简单的直叶片搅拌, 叶片长度为 50 mm, 接近圆筒总高的 1/4, 直径为圆筒直径的 1/2, 选择的搅拌转速为 100, 200, 300, 400 和 500 r/min, 离底高度为 7, 10 和 13 cm.

有机相(1:1 的 P507 和磺化煤油)和水相(负载 40 g/L)按照流量比 2:1 流入混合室, 两相经搅拌充分混合后通过溢流口进入澄清室, 经澄清分离后, 分别流回各自储槽, 从而实现两相的循环流动. 混合澄清槽按比例充满有机相和水相, 两室搅拌装置同时启动, 待系统稳定后在出口取样, 测量水相出口相夹带量, 考察新式混合澄清槽的澄清性能.

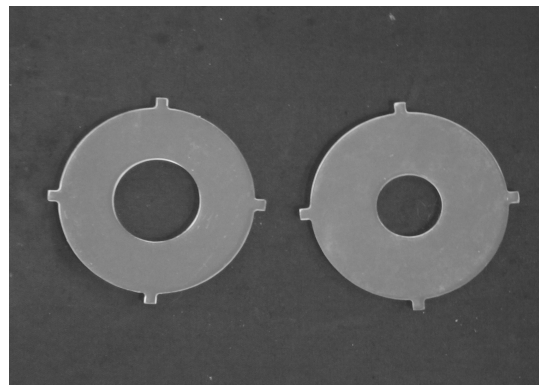


图 2 可拆卸环盖实物图  
Fig. 2 Physical diagram of removable ring covers

## 1.2 实验方法

澄清器的澄清性能主要根据水相夹带量的测定来评价. 本实验创新性采用紫外可见分光光度法测量水相夹带量, 即水中油含量.

紫外可见分光光度法是利用物质的分子或离子对某一波长范围的光的吸收作用, 对物质进行定性分析、定量分析及结构分析, 所依据的光谱是分子或离子吸收入射光中特定波长的光而产生的吸收光谱. 朗伯 - 比尔定律是紫外 - 可见分光光度法的理论基础. 当一束平行单色光通过含有吸光物质的稀溶液时, 溶液的吸光度与吸光物质浓度、液层厚度乘积成正比, 即

$$A = Kcl. \tag{1}$$

式中:  $K$  为比例常数, 与吸光物质的本性、入射光波长及温度等因素有关;  $c$  为吸光物质浓度;  $l$  为透光液层厚度. 该式表明: 溶液对光的吸收程度与溶液的浓度及入射波长等因素有关. 如果保持入射光波长不变, 溶液液层的厚度不变, 则溶液的吸光度与溶液的浓度成正比.

工业上多用该方法来测定石油化工企业排放污水中的含油量. 本文以有机相为溶质, 以 10 mL 石油醚为溶剂, 准确地配制有机相体积依次为 0.02, 0.05, 0.08, 0.10, 0.12, 0.15 和 0.18 mL 的系列样品. 采用紫外分光光度计, 用石英比色皿, 以石油醚为空白, 依次测定上述系列样品的吸光度, 图 3 为被测样品的吸收光谱图.

通常是根据被测组分的吸收光谱,选择最强吸收带的最大吸收波长为入射波长.当最强吸收峰的峰形比较尖锐时,往往选用吸收稍低、峰形稍平坦的次强峰或肩峰进行测定.因此,本实验选定的入射波长为 268 nm.对 268 nm 处的吸光度进行分析,建立标准曲线.本实验读取夹带有机相的待测样总体积,测其吸光度,得到有机相在石油醚中的体积分散,进而得出水相中的夹带量.

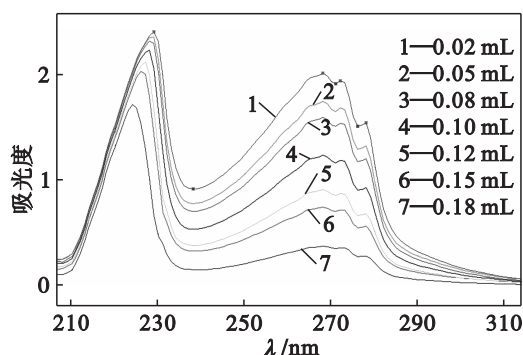


图 3 被测样品的吸收光谱图

Fig. 3 Absorption spectra of measured samples

## 2 实验结果与讨论

本文在搅拌转速 100, 200, 300, 400 和 500 r/min 时,考察了环盖尺寸、离底高度对水相夹带量的影响,并与实际生产线相夹带量进行了比较.

### 2.1 水相夹带量的测定结果

从图 4 可以看出,搅拌转速低于 300 r/min 时,离心圆筒环盖对降低水相中夹带量  $\theta$  有促进作用.搅拌转速大于 300 r/min,搅动剧烈,破碎严重,水油两相呈乳状物溢出,形成较大分散带,造成水相夹带突增.总体而言,环盖直径 30 mm 时优于环盖直径 50 mm 的情况.在 300 r/min 内,环盖对澄清效果有明显促进作用.

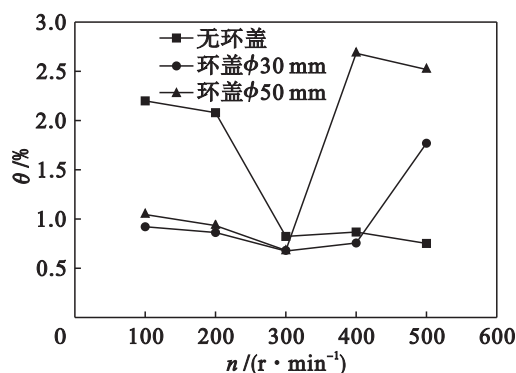


图 4 环盖对水相夹带量的影响

Fig. 4 Effect of ring cover on aqueous phase entrainment

选择环盖直径 30 mm,考察离底高度对水相夹带的影响,所得结果如图 5 所示.在有离心圆筒的情况下,搅拌桨离底高度为 13 cm 时,水相夹带量低于其他离底距离情况.搅拌转速在 100 ~ 400 r/min 范围内变化时水相夹带量变化不大.

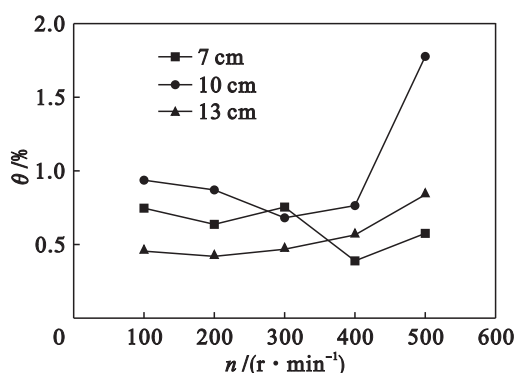


图 5 离底高度对水相夹带的影响

Fig. 5 Effect of impeller clearance over tank bottom on aqueous phase entrainment

### 2.2 实际生产线的测定结果

本课题组曾赴江苏省某稀土有限公司对稀土萃取分离生产线两相分离效果进行现场取样,并采用自带的分析仪器及分析方法进行分析.该公司采用混合澄清槽以串级萃取分离工艺进行稀土分离生产,萃取槽澄清室体积/混合室体积 = 2.7,混合相在混合室停留时间为 3 ~ 6 min,水相夹带有机相平均值为 0.50%.

而 2.1 节中新型混合澄清槽澄清室体积/混合室体积 = 1.25,体积比大大减小,混合相在混合室停留时间为 4 min,所测的结果也表明:环盖直径 30 mm 且搅拌桨离底高度为 13 cm 时,搅拌转速 300 r/min 内,所测的水相夹带量均小于 0.50%,满足实际生产要求.

## 3 结 论

1) 随着搅拌转速的增加,夹带量基本呈先降低后升高的趋势.

2) 搅拌转速低于 300 r/min 时,环盖直径 30 mm 时优于环盖直径 50 mm 和无环盖的澄清效果;搅拌转速高于 300 r/min 时,环盖的添加不利于水油两相的分离.

3) 搅拌桨离底高度为 13 cm 时,水相夹带低于其他离底高度情况.

4) 环盖直径为 30 mm、离底高度为 13 cm 且搅拌转速 300 r/min 内,所测水相夹带量均小于实际生产线夹带量的 0.50%,满足实际生产要求.

(下转第 568 页)