

高铝镨钕草沉废水回用试生产报告

一、中试目的

通过新型有机萃取草沉废水中的草酸，负载有机通过氯化镨钕料液反萃，从而达到草酸回收再利用的目的。萃余液经过除杂处理后回用生产。关键技术指标要求草沉废水中草酸去除率达到96%以上。

二、中试原辅材料

原料：新型有机、煤油、草沉废水、镨钕料液、纯水

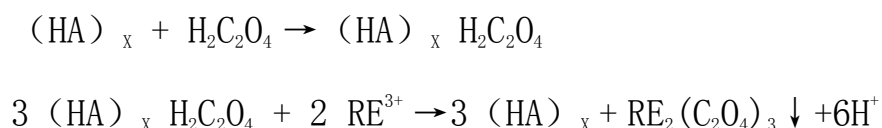
设备：萃取槽、储罐、泵

三、说明

利用有机萃取废水中的草酸，负载有机用氯化镨钕稀土料液反萃

1 实验原理

采用有机萃取的方法和产生草酸稀土沉淀物的方法分离草酸。



2 分析方法

分析方法主要有采用 EDTA 络合滴定法测定，测定稀土配分及杂质离子含量采用 ICP-AES 测定。

3 槽体级数设计

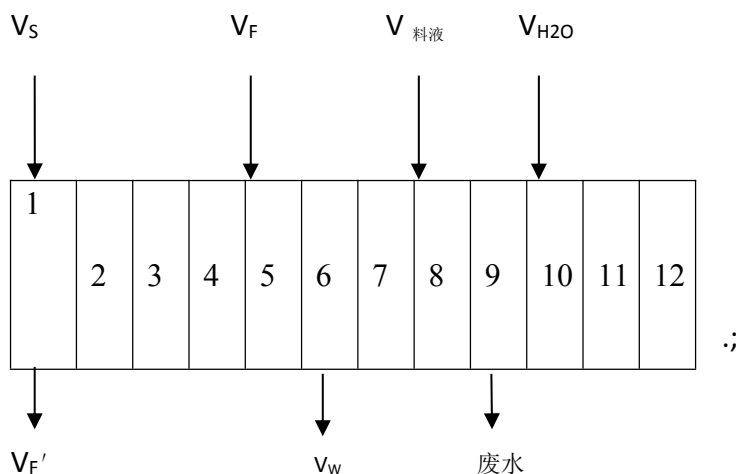
槽体总级数为 12 级，包括萃取段 5 级、反萃段 3 级、洗水 2 级、澄清 2 级。

4. 技艺检测：

$V_S=3.3\text{L}/\text{min}$ $V_F=3.3\text{ L}/\text{min}$ $V_{\text{料液}}=3.3\text{ L}/\text{min}$ $V_{\text{H}_2\text{O}}=2.0\text{ L}/\text{min}$

A-1 技艺检测为： $\text{C}_2\text{O}_4^{2-} \leq 0.002\text{ mol}\cdot\text{L}^{-1}$ ； $\text{H}^+ \geq 2.0\text{ mol}\cdot\text{L}^{-1}$ ； $\text{Al}_2\text{O}_3 \geq 5.0\text{ g}\cdot\text{L}^{-1}$

A-6 技艺检测为： $\text{REO} \leq 0.1\text{ g}\cdot\text{L}^{-1}$ ； $\text{C}_2\text{O}_4^{2-} \leq 0.001\text{ mol}\cdot\text{L}^{-1}$



有机流量： V_S ，草沉废水流量： V_F ，反液流量： $V_{\text{料液}}$ ，洗水： $V_{\text{H}_2\text{O}}$ ，
萃余液： $V_{F'}$

5、操作规程：

1. 开启搅拌系统，开车顺序为同时开启，在启动搅拌电机时，应先看好此搅拌周围是否有人，方可开启。

- 按照工艺设计要求给定的流量参数投入各种物料，给料顺序为水相先加入占槽体体积 1/2 处后再从最后一级加入有机并开启搅拌。
- 按照工艺要求每隔四个小时取样送大化实验室测定相关组分，槽体不稳定时可随时取样分析。
- 不定时测定各组流量，并调节至工艺规定要求。
- 开泵时检查进出口阀，出口阀门不可大于 1/3 时，方可开泵。

四、实验内容及相关数据

中试一： V_S =未测 $V_F=2.0\text{L}/\text{min}$ $V_{\text{料液}}=1.0\text{L}/\text{min}$ $V_{\text{H}_2\text{O}}=2.0\text{L}/\text{min}$

	$\text{C}_2\text{O}_4^{2-}$ /mol·L	H^+ /mol·L	REO /mol·L ⁻¹	Cl^- /g·L ⁻¹	Al_2O_3 /g·L ⁻¹	CaO /g·L ⁻¹	Fe_2O_3 /g·L ⁻¹	MgO /g·L ⁻¹	ZnO /g·L ⁻¹	SO_4^{2-} /g·L
草沉废水 1	0.13	2.49	1.0	109.62	3.36	0.044	0.03	0.02	0.67	--
镨钕料液	--	0.096	17.17	--	0.0089	0.023	--	0.15	0.26	--
萃余液	0.0042	2.21	--	113	3.47	0.15	0.0025	0.05	0.015	--
反液	0.0018	0.034	0.96	--	0.0068	0.047	0.016	0.06	0.9	--
备注	反液指氯化镨钕料液									

中试二： V_S =未测 $V_F=2.2\text{L}/\text{min}$ $V_{\text{料液}}=1.0\text{L}/\text{min}$ $V_{\text{H}_2\text{O}}=2.0\text{L}/\text{min}$

	$\text{C}_2\text{O}_4^{2-}$ /mol·L	H^+ /mol·L	REO /mol·L ⁻¹	Cl^- /g·L ⁻¹	Al_2O_3 /g·L ⁻¹	CaO /g·L ⁻¹	Fe_2O_3 /g·L ⁻¹	MgO /g·L ⁻¹	ZnO /g·L ⁻¹	SO_4^{2-} /g·L
草沉废水 1	0.13	2.49	1.0	109.62	3.36	0.044	0.03	0.02	0.67	--
镨钕料液	0.01	0.34	14.75	--	0.016	0.068	0.027	0.16	0.89	--
萃余液	<0.01	2.46	1.06	--	4.01	0.05	0.0018	0.038	0.011	--
反液	0.048	0.15	0.01	--	0.018	0.0038	0.0024	0.001	0.26	--
备注	反液指氯化镨钕料液									

中试三： $V_S=3.5\text{L}/\text{min}$ $V_F=1.5\text{L}/\text{min}$ $V_{\text{料液}}=2.0\text{L}/\text{min}$ $V_{\text{H}_2\text{O}}=2.0\text{L}/\text{min}$

	$\text{C}_2\text{O}_4^{2-}$ /mol·L	H^+ /mol·L	REO /mol·L ⁻¹	Cl^- /g·L ⁻¹	Al_2O_3 /g·L ⁻¹	CaO /g·L ⁻¹	Fe_2O_3 /g·L ⁻¹	MgO /g·L ⁻¹	ZnO /g·L ⁻¹	SO_4^{2-} /g·L
草沉废水 1	0.13	2.41	0.67	109.6	3.76	0.048	0.035	0.022	0.76	--
镓钨料液	0.0075	0.41	18.52	--	0.019	0.06	0.062	0.17	0.97	--
萃余液	0.005	2.46	0.71	--	3.82	0.049	0.0047	0.022	0.021	--
反液	0.0078	0.55	1.53	--	0.022	0.060	0.092	0.17	0.98	--
备注	反液指氯化镓钨料液									

从中试生产数据说明该有机可以用于萃取草沉废水中的草酸，与小试实验结果相符合。并且在控制各个物料流量、浓度的情况下草酸去除率可达到 96%以上。

从中试过程可得知镓钨料液在经过反复使用（反液）后其中酸度会不断升高，将影响反萃效果。

中试四：镓钨氧化物的制备

	$\text{C}_2\text{O}_4^{2-}$	REO	LOI	Al_2O_3	CaO	Fe_2O_3	MgO	ZnO	SO_4^{2-}
镓钨氧化物 1	---	85.04	1.41	0.02	0.037	0.033	0.0065	0.087	--
镓钨氧化物 2	---	92.52	--	0.032	0.031	0.025	0.002	0.025	--

镓钨氧化物 1 灼烧温度 800°C ，镓钨氧化物 2 灼烧温度 950°C