

精细化在“111”产品质量提升中的应用

刘天印, 李喜龙, 曹俊鹏, 张 渤, 刘晓奎, 冯小刚

(中核通辽铀业有限责任公司, 内蒙古 通辽 028000)

摘要: 在内蒙古某“CO₂+O₂”地浸铀矿山引入精细化管理模式, 对影响产品质量的吸附、淋洗、酸化沉淀等工序进行精细管理。淋洗剂配制由“沉降母液+碳酸氢钠+盐酸+氯化钠”优化为“沉降母液+碳酸氢钠+清水”, 维持淋洗剂 pH 为 9.5~10.0, 降低了系统氯离子积累; 提升淋洗合格液中铀质量峰值浓度, 并将其维持在 80~130 g/L; 自动控制酸化过程的盐酸添加量, 精准控制 pH 在 4.5~4.6, 进一步降低合格液中的碳铀比; 调整淋洗合格液的流量, 保持淋洗合格液平均铀质量浓度为 30~70 g/L, 降低合格液铀质量浓度对产品质量的影响; 控制浆体沉淀时间, 提升浆体压滤效果。优化生产参数后, 产品水分降低了 8.50%, 铀含量提升了 2.88%, 产品质量整体提升。

关键词: 精细化; “111”产品; 重铀酸钠; 压滤; 淋洗; 产品质量; 铀含量; 水分

中图分类号: TL212; F273 **文献标志码:** A **文章编号:** 1000-8063(2024)02-0096-07

DOI: 10.13426/j.cnki.yky.2023.10.09

精细化是一种生产管理方式, 更是一种生产管理意识^[1]。随着生产集约化、规模化发展, 以及生产工艺的优化, 对生产管理的要求相应提高。现场管理人员的管理水平须与管理要求相匹配, 精细化管理方式可为其提供更加科学的管理办法。以内蒙古某“CO₂+O₂”地浸铀矿山为例, 通过引入精细化管理模式, 进一步提升产品质量。

1 生产工艺及产品质量概况

1.1 工艺概况

内蒙古某“CO₂+O₂”地浸铀矿山浸出液处理工艺流程的主要工序: 浸出液→集液→过滤→吸附→饱和树脂倒运→淋洗→合格淋洗液酸化沉淀→沉降→压滤→“111”产品^[2], 其中吸附工序为两塔串联, 淋洗工序采用两塔串联顺流带压淋洗。通过工艺优化, 将集液池改为集液罐, 取消配液池、合格液池和贫液池, 增加树脂倒运工序, 使用尾液缓冲罐储存尾液转型剂, 树脂清洗后通过清洗罐进行储存、转运, 提高了工艺管控过程的可量化性和精准性。浸出液处理工艺流程见图 1。

1.2 产品质量标准

该地浸铀矿山生产的“111”产品质量要求达到一级品标准^[3], 产品指标见表 1。影响产品质量的因素较多, 产品中占比最大的为铀含量, 水分及硫酸根含量次之。根据现场实际, 产品中硫酸根含量低于 1%, 据此对产品主要成分占比重新进行统计, 其铀含量占比 69%、水分占比 28%, 其他杂项离子占比 3%。

表 1 “111”产品生产指标与实际生产参数
Table 1 Production index and actual production parameter of “111” product

主要项目	一级品指标	生产控制参数
铀含量(干基)	≥50.0%	≥60%
磷酸根含量(干基)	≤5.0%	≤2.0%
二氧化硅含量(干基)	≤2.0%	≤1.0%
氟含量(干基)	≤0.2%	≤0.02%
氯含量(干基)	≤5.0%	≤5.0%
硫酸根含量(干基)	≤20.0%	≤3.0%
水分含量(自然基)	<30.0%	<30.0%

收稿日期: 2023-10-25

第一作者简介: 刘天印(1993—), 男, 甘肃庆阳人, 学士, 助理工程师, 主要从事铀水冶科研工作。

通信作者简介: 李喜龙(1988—), 男, 辽宁公主岭人, 学士, 高级工程师, 主要从事铀水冶科研、生产管理工作。

要的影响因素。3)11—12月。淋洗系统、合格液酸化调整完毕,恢复对淋洗剂的稀释,合格液中铀质量浓度上升,产品水分下降。

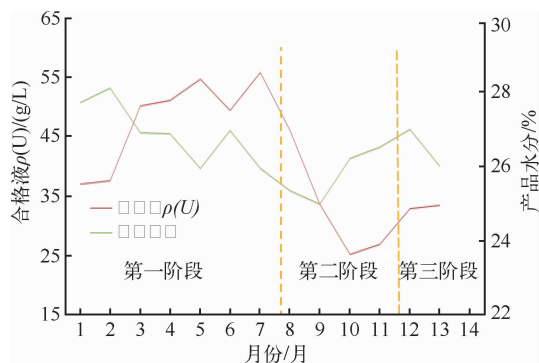


图2 合格液 $\rho(U)$ 与产品水分变化趋势

Fig. 2 Trend of $\rho(U)$ in qualified liquid and product moisture

2.1.2 合格液中 NaCl 等强电解质的影响

合格液中铀质量浓度降低, $\rho(\text{Cl}^-)$ 上升, 影响浆体沉降, 导致产品水分上升, 合格液中 NaCl 与产品水分关系见图3。可以看出, 在标记区间, 合格液中 $\rho(\text{NaCl})$ 呈先下降、后缓慢上升的趋势, 与产品水分变化趋势基本一致。这主要是由于将回用母液稀释后配制淋洗剂^[5], 使得前期淋洗合格液中 $\rho(\text{NaCl})$ 由 68 g/L 降至 54 g/L; 截至 10 月, 淋洗—沉淀系统中 Cl^- 继续积累, 淋洗合格液中 $\rho(\text{NaCl})$ 恢复上升趋势, 均值约为 79.2 g/L, 产品水分也呈上升趋势; 11 月, 使用清水稀释母液后, 淋洗合格液中 $\rho(\text{NaCl})$ 呈下降趋势, 均值为 33.94 g/L, 产品水分也随之下降。

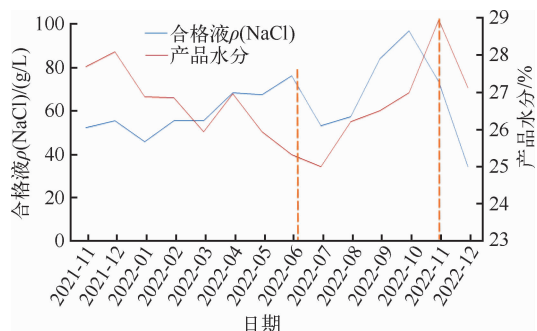


图3 合格液 $\rho(\text{NaCl})$ 与产品水分变化趋势

Fig. 3 Trend of $\rho(\text{NaCl})$ in qualified liquid and product moisture

2.2 酸化沉淀工艺参数分析

2.2.1 合格液酸化终点

在合格液中先加入 HCl 进行酸化并去除合格液中的碳酸盐, 当合格液酸化 pH 为 4.5~4.8 时, 碳铀比(碳酸盐和铀的物质的量之比)达到 0.1^[6], 合格液中的碳酸盐已基本去除, 产品质量较稳定。现场合格液酸化 pH 控制在 4.5~4.8, 符合工艺要求。该因素并非影响产品质量的主要因素。

2.2.2 酸化合格液沉淀终点

在酸化合格液中加入 NaOH, 与铀酰离子 (UO_2^{2+}) 进行沉淀, 生成重铀酸钠 ($\text{Na}_2\text{U}_2\text{O}_7$)^[7]。当酸化合格液 pH 为 12.5~13.0 时, 酸化合格液沉淀效果相对较好, 产品质量较稳定。现场酸化合格液沉淀 pH 始终保持在 12.5~13.0, 均值为 12.78, 满足沉淀工艺指标。该因素并非影响产品质量的主要因素。

2.3 浆体沉降条件分析

2.3.1 浆体沉降温度

环境温度越高, 浆体沉降效果越好, 压滤产品水分越低^[8]。与冬季(环境温度 10~15 °C)相比, 在夏季(环境温度 20~25 °C)产品水分可下降约 1.0%~1.5%。但当平均温度 >15 °C 时, 温度对浆体沉降和产品水分的影响程度有限, 并不能使产品水分呈明显下降趋势。环境温度并非影响产品质量的主要因素。

2.3.2 浆体沉降时间

沉淀浆体泵入沉降槽, 进行老化沉淀。当老化沉淀时间 ≥ 24 h 时, 浆体具备压滤条件; 当老化沉淀时间 ≥ 36 h 时, 浆体沉淀相对密实, 效果更佳。现场进行 30 次浆体压滤试验, 根据浆体沉降状况, 其中第 24~26 次压滤时, 浆体沉降时间略大于 24 h; 其余次压滤时, 浆体沉降时间 ≥ 36 h。浆体压滤后产品水分、铀含量变化见图4。可以看出, 与浆体沉降时间 ≥ 36 h 相比, 当浆体沉淀时间略大于 24 h 时, 压滤得到产品的水分含量上升, 铀含量下降, 产品质量受到影响。浆体沉降时间为影响产品质量的主要因素。

2.4 板框压滤条件分析

在板框压滤过程中, 油缸压紧后压力为 16 MPa, 压滤机进料压力为 0.6 MPa, 压滤结束后进气压风时间 ≥ 12 h。压风结束后, 沥干板框内少量存水(沥水时间 ≥ 5 h), 然后进行卸料。以

上参数主要为板框设备及空气压缩控制参数,为最佳运行参数,对产品质量产生积极影响。

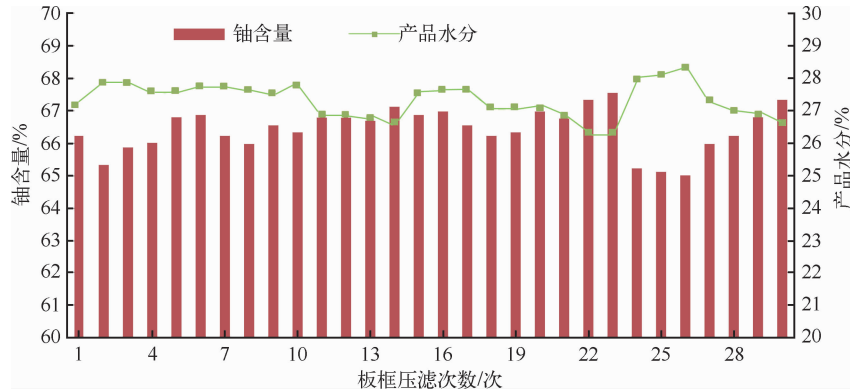


图 4 板框压滤后产品铀含量、水分变化趋势

Fig. 4 Trend of uranium content and moisture of products after plate-frame pressure filtration

3 精细化管理措施及效果

3.1 淋洗合格液浓度调节管控

3.1.1 原合格液淋洗情况

现场原淋洗系统采用 A、B 线,根据树脂饱和情况调整淋洗运行情况,可同时淋洗,也可单独淋洗。淋洗方式为上进液两塔串联顺流带压淋洗,单塔淋洗合格液体积平均为 90 m^3 ,铀质量浓度峰值平均为 85 g/L ;淋洗合格液储存在 4 台合格液储罐内,储罐间串联。根据淋洗曲线可知,淋洗峰值出现在淋洗合格液体积为 $20 \sim 60 \text{ m}^3$ 范围内,出现在体积为 40 m^3 时的占比为 44.44% ;峰值范围以外淋洗液铀质量浓度平均为 20 g/L ,其体积占比达 55.56% 。从 5 台饱和树脂淋洗情况的统计结果(图 5)可看出,淋洗曲线符合淋洗规律,淋洗效果良好。

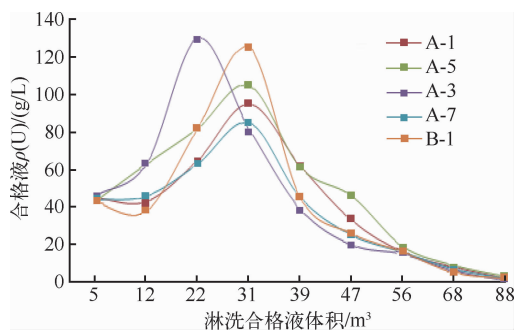


图 5 淋洗合格液 $\rho(\text{U})$ 变化趋势

Fig. 5 Trend of eluate $\rho(\text{U})$

3.1.2 淋洗过程精细化管控

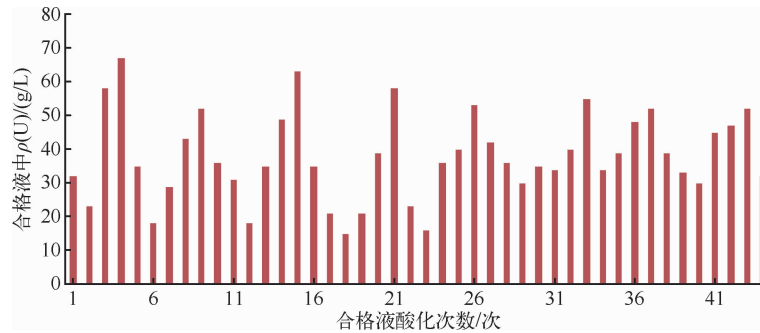
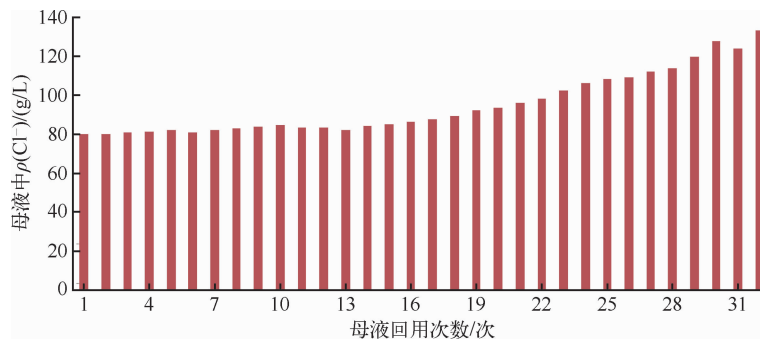
基于对淋洗规律的认识^[9],在淋洗过程中使用精细化管控:1)分阶段调节淋洗流速。淋洗初期控制流速为 $5 \sim 7 \text{ m}^3/\text{h}$,淋洗峰值期控制流速为 $8 \sim 12 \text{ m}^3/\text{h}$,淋洗后期控制流速为 $7 \sim 9 \text{ m}^3/\text{h}$;淋洗后使合格液充分混合。2)A、B 线同时淋洗。两条线同时淋洗,将 A 线淋洗峰值合格液与 B 线淋洗非峰值合格液同时进入同一台合格液储罐,并及时进行酸化处理。3)串通淋洗合格液储罐。在淋洗完成后将 4 台储罐串通阀门开启,进行混合均匀。

淋洗过程精细化管控见图 6,1~23 次为精细化管控前酸化合格液 $\rho(\text{U})$ 变化规律,高浓度、低浓度均比较突出;9~44 次为精细化管控后酸化合格液 $\rho(\text{U})$ 变化规律, $\rho(\text{U})$ 整体控制在 $30 \sim 70 \text{ g/L}$,控制效果明显。

3.2 系统中氯离子精细化管控

3.2.1 系统中氯离子变化情况

系统中氯离子最终会在沉淀母液中聚集,可通过沉淀母液回用过程中 $\rho(\text{Cl}^-)$ 的变化情况反映系统中氯离子累积情况(图 7)。可以看出,沉淀母液共回用 31 次,在第 1~13 次沉淀母液回用中, $\rho(\text{Cl}^-)$ 的变化幅度保持在 $3 \sim 5 \text{ g/L}$ 内;从第 13 次以后,母液中 $\rho(\text{Cl}^-)$ 累积速度提升。说明随着系统运转时间增加, $\rho(\text{Cl}^-)$ 会在系统中累积且累积量呈快速上升趋势。

图 6 淋洗过程精细管控前后酸化合格液 $\rho(\text{U})$ 变化Fig. 6 Change of $\rho(\text{U})$ in acidification qualified liquid before and after fine control图 7 精细化管控前沉淀母液中 $\rho(\text{Cl}^-)$ 变化Fig. 7 Change of $\rho(\text{Cl}^-)$ in mother liquor of precipitation before fine Control

3.2.2 系统中氯离子来源及去向

根据物料守恒规律,进、出系统的氯离子量保持平衡。引入系统的 Cl^- 包括淋洗剂配制添加氯化钠和调节 pH 时添加盐酸^[10],合格液酸化添加盐酸,以及浸出液中的 Cl^- ;离开系统的 Cl^- 包括转型外排 Cl^- ,产品中 Cl^- ,以及外排母液中 Cl^- 。

3.2.3 系统中氯离子精细化管控

影响 $\rho(\text{Cl}^-)$ 增加的主要工序为淋洗剂配制和合格液酸化,针对这 2 道工序进行精细化管理。管理措施:1)调整淋洗剂配制方式。当系统运行 13 d 左右,沉淀母液中 $\rho(\text{Cl}^-)$ 达到 80 g/L 时,停止添加氯化钠和盐酸,采用加碳酸氢钠将沉淀母液中的余碱(氢氧化钠)反应消除^[11];继续添加过量碳酸氢钠直到淋洗剂中 $\rho(\text{HCO}_3^-)$ 达到 16~20 g/L、pH 至 10.0 左右。2)分析沉淀母液中 $\rho(\text{Cl}^-)$ 。当 $\rho(\text{Cl}^-)$ 超过 100 g/L 时,添加清水进行稀释,保证沉淀母液中 $\rho(\text{Cl}^-)$ 在 80~100 g/L,符合工艺参数要求。3)检测酸化沉淀后浆体中的相关离子含量。

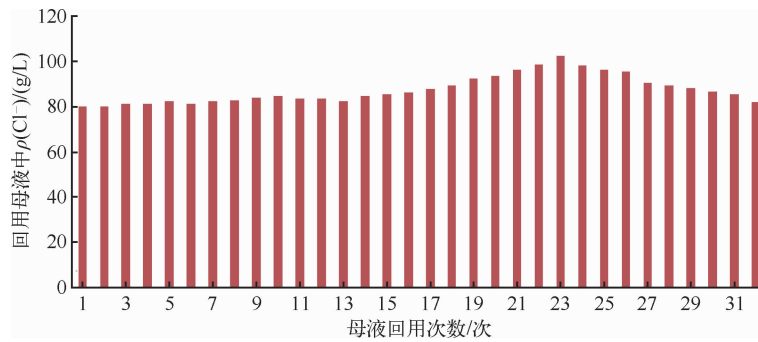
静置 5~6 h,使浆体分层,采用防腐蚀离心泵抽取上清液,并向抽取上清液完成的沉淀搅拌罐加入同体积清水进行缓慢搅拌混合^[12],降低氯离子、二氧化硅、硫酸根及其他杂质离子含量。

通过以上措施,降低系统中 $\rho(\text{Cl}^-)$,最终使回用沉淀母液中 $\rho(\text{Cl}^-)$ 从 120~130 g/L 降至 80~100 g/L(图 8)。

3.3 盐酸自动化精准添加

合格液酸化过程中需添加盐酸,在实际过程中尽管酸化 pH 控制在 4.5~4.8 之间,符合工艺要求;但添加完盐酸、关闭盐酸泵后,因变频盐酸泵的频率会缓慢降至 0 Hz,关泵后管线中的盐酸也会进入酸化罐;且操作人员沟通存在时间差,使得 pH 控制存在一定延迟。

精细化管控措施:1)利用对讲机沟通,降低通话延迟时间;2)接入自控系统^[13],使用自控开关添加盐酸,降低操作延迟;3)自控设置 pH 为 4.6,最终生产实际 pH 控制在 4.5~4.6。

图8 精细化管控后母液中 $\rho(\text{Cl}^-)$ 变化Fig. 8 Change of $\rho(\text{Cl}^-)$ in mother liquor after fine control

3.4 浆体沉降时间精细管控

当前生产中浆体沉降时间控制在24~36 h,通过试验确定沉降36 h以上的产品质量最佳^[14]。

精细化管控措施:现场使用4台浆体沉降分离罐进行浆体沉降,第1天使用1、2号沉降分离罐进行压滤,压滤完成后将酸化合格液提前转运至1、2号分离罐;第2天使用3、4号沉降分离罐进行压滤,压滤完成后将酸化合格液转运至3、4号分离罐。如此循环使用^[15],使得压滤浆体沉降时间达到36 h以上。

3.5 精细化管控效果

实施以上精细化管理措施后,对产品铀含量、水分进行统计(表3),产品铀含量为66.32%~68.53%,水分为25.66%~27.36%。与实施精细化管理措施前相比,产品铀含量提升了2.88%,水分降低了8.5%,产品铀含量极差从2.62%降低至2.30%,水分极差从2.66%下降至1.70%,产品质量整体提升,产品质量稳定性更佳(表4)。

表3 实施精细化管控后产品铀含量、水分统计

Table 3 Statistics of uranium content and moisture content of products after fine control

批次	铀含量/%	水分/%	批次	铀含量/%	水分/%
1	67.23	26.86	6	67.58	25.66
2	67.88	25.97	7	66.52	26.61
3	67.23	26.31	8	66.23	27.11
4	68.53	25.89	9	66.32	27.36
5	66.38	26.12	10	68.01	25.66
铀含量平均值/%			67.19		
水分平均值/%			26.36		
铀含量极差/%			2.30		
水分极差/%			1.70		

表4 精细化措施实施前后产品主要参数

Table 4 Main parameters of products before and after fine control

项目	实施前	实施后	变化幅度
铀含量/%	65.31	67.19	+2.88
水分/%	28.81	26.36	-8.50
铀含量极差/%	2.62	2.30	-12.21
水分极差/%	2.66	1.70	-36.09

4 结论

通过引入精细化管理,产品铀含量提升了2.88%,水分降低了8.50%,产品质量提升效果明显。在确保生产产品合格的同时,将精细化管理模式融入现场生产管理中,提升了管理人员技术水平,为矿区发展奠定了坚实基础。

参考文献:

- [1] 胡文剑,田广才,刘梅.基于大质量观下的冶金矿山精细化管理[J].现代矿业,2019,35(9):9-10.
- [2] 朱鹏,陈建昌,尉小龙,等.砂岩型铀矿床地浸采铀工艺方法概述[J].采矿技术,2011(4):91-92.
- [3] 苏学斌.钱家店矿床原地浸出采铀工程与实践[M].北京:中国原子能出版社,2017.
- [4] 胡凯光,陈祥标,谢水波,等.地浸采铀工艺中氯离子的作用及其影响[J].矿业研究与开发,2006(3):44-46.
- [5] 苏学斌.钱家店矿床原地浸出采铀工程与实践[M].北京:中国原子能出版社,2017:148-149.
- [6] 苏学斌,王海峰,刘乃忠. $\text{CO}_2 + \text{O}_2$ 原地浸出采铀工艺[M].北京:中国原子能出版社,2016:19-20.
- [7] 师振峰,赖磊,汤义伟,等.新疆某铀矿重铀酸钠产品析水原因分析及控制措施[J].铀矿冶,2019,38

- (3):185-187.
- [8] 丁德馨,李光悦. 溶浸采铀[M]. 哈尔滨:哈工程大学出版社,2015.
- [9] 王永莲. 地浸采铀工艺技术[M]. 长沙:国防科技大学出版社,2007.
- [10] 王清良. 铀提取工艺[M]. 哈尔滨:哈尔滨工程大学出版社,2016.
- [11] 苏学斌,李喜龙,刘乃忠,等. 环境友好型地浸采铀工艺技术与应用[J]. 中国矿业,2016,25(9):97-100.
- [12] 汤义伟,刘敬珣,赵强,等. 碳酸盐淋洗工艺在中性浸出水冶过程中的应用前景[J]. 铀矿冶,2022,41(S1):57-61.
- [13] 庄治旭,李喜龙,曹俊鹏,等. 基于 Modbus 通讯的变频器在某地浸矿山的应用[J]. 铀矿冶,2023,42(3):50-56+62.
- [14] 刘玉龙,胡南,李广悦,等. 全浆循环增粒沉淀生产重铀酸盐试验研究[J]. 铀矿冶,2022,41(3):243-247.
- [15] 龙红福,阳奕汉. 返晶浆沉淀工艺在黄饼生产中的应用[J]. 铀矿冶,2009,28(1):54-55.

Application of Refinement in “111” Product Quality Improvement

LIU Tianyin, LI Xilong, CAO Junpeng, ZHANG Bo, LIU Xiaokui, FENG Xiaogang
(Tongliao Uranium Co., Ltd., CNNC, Tongliao 028000, China)

Abstract: The fine management model was introduced in a “CO₂ + O₂” in-situ leaching uranium mine in Inner Mongolia, and the processes of adsorption, leaching, acidification and precipitation which affect the quality of production were carefully managed. The preparation of eluent was optimized from “settling mother liquor + sodium bicarbonate + hydrochloric acid + sodium chloride” to “settling mother liquor + sodium bicarbonate + water”, the pH of eluent was maintained at 9.5 ~ 10.0, and reducing the accumulation of chloride ion in the system. The peak mass concentration of uranium in the eluate was increased and maintained at 80~130 g/L. The amount of hydrochloric acid added in the acidification process is automatically controlled, the pH is accurately controlled in 4.5~4.6, and the ratio of carbon to uranium in the qualified liquid is further reduced. Adjust the flow rate of leachate to keep the average mass concentration of uranium in 30~70 g/L, to reduce the influence of mass concentration of uranium on product quality. Control slurry precipitation time, to improve slurry pressure filtration effect. After the optimization of production parameters, the moisture content of the product decreased by 8.50%, the uranium content increased by 2.88%, and the product quality was improved as a whole.

Key words: refinement; “111” products; sodium diuranate; pressure filtration; elution; product quality; uranium content; moisture