稀土冶金全流程智能仿真实验指导书

本指导书面向学生，说明实验任务、平台操作、40 步实验流程、关键计算、安全要求、报告格式和常见问题。请按照平台提示依次操作，并保存每一步的输入、结果、AI 反馈和修正记录。

一、实验任务

以获得合格的单一钕金属产品为目标，完成矿物识别、选矿、分解或浸取、净化、溶剂萃取、沉淀、灼烧、熔盐电解、产品检测和全流程分析。实验中应同时关注产品纯度、稀土回收率、单位能耗、药剂消耗、污染物排放和安全风险。

- 识别不同稀土矿物及其主要元素赋存状态。
- 根据矿样性质选择合理的工艺路线。
- 完成萃取和串级分离设计。
- 完成氧化物和金属钕产品检测。
- 完成全流程物料衡算和工艺优化。

二、实验前准备

1. 预习内容

- 稀土矿物分类及轻、重稀土概念。
- 破碎磨矿、浮选、磁选和重选原理。
- 离子交换浸取和选择性沉淀。
- 溶剂萃取分配比、萃取率和分离系数。
- 沉淀、灼烧和产品质量评价。
- 法拉第定律、熔盐电解和电流效率。
- 放射性、酸碱、有机溶剂和高温设备安全知识。

2. 登录平台后的操作

1. 阅读任务说明和安全提示。
2. 查看本轮矿样数据包、目标产品规格和参数范围。
3. 确认各输入框的单位。
4. 完成课前测试后进入实验。
5. 准备记录表，记录首次输入、AI 反馈、修正输入和最终结果。

三、安全要求

- 含 Th、U 或 Ra 的物料必须进入放射性物料管理流程。
- 含氟废气必须进入尾气吸收或处理单元。
- 酸性、碱性和含盐废液不得直接排放。
- 含 P507、P204、煤油等有机相应按 VOCs 和危险废物流程处理。

- 高温熔盐电解必须完成干燥、预热、氩气保护、绝缘和联锁检查。
- 未完成安全检查时不得启动设备。
- 超出标定范围的参数只能作为探索性操作，不能直接作为合格工艺结论。

四、40 步实验操作

模块一 矿物识别与选矿

步骤 1 矿样识别：选择独居石、氟碳铈矿、磷钇矿和混合型精矿，查看颜色、密度、XRD 和化学组成。重点判断轻稀土、重稀土及 Th、U 伴生特征。

步骤 2 破碎和磨矿：设置破碎机排矿口、球磨机转速和磨矿时间，检查 F_{80}、P_{80}、解离度、细泥比例和单位能耗。

步骤 3 浮选方案设计：选择捕收剂、抑制剂和起泡剂，设置 pH、矿浆浓度和药剂量，同时评价品位和回收率。

步骤 4 磁选和重选精选：根据杂质类型选择磁选或重选，检查磁性杂质、密度差异和产品质量。

步骤 5 离子型稀土浸取：选择浸取剂，设置浓度、注液强度和浸析时间，观察浸出率、REO 浓度、氨氮和集液率。

步骤 6 浸出液除杂：调节 pH，完成絮凝、过滤和检测，平衡 Fe、Al 去除率与稀土损失率。

步骤 7 工段比较：比较硬岩路线和离子型路线的原料、工艺、放射性、成本、环保性和产品适应性。

步骤 8 选矿工段总结：汇总能耗、药剂消耗、产品质量和环保指标，回答综合思考题并提交工段报告。

模块二 分解、净化和放射性处理

步骤 9 独居石碱分解：设置 NaOH 浓度、质量比、温度和时间，观察稀土氢氧化物和磷酸钠的生成。

步骤 10 Th/U 分离：依次完成优溶、固液分离、Th/U 沉淀、稀土沉淀和含 Ra 溶液处理。

步骤 11 离子型矿料液净化：使 Fe^{3+}、Al^{3+}优先水解沉淀，避免稀土共沉淀。

步骤 12 萃取料液配制：检测稀土浓度、酸度、浊度和杂质，按萃取要求完成稀释或调酸。

步骤 13 安全环保处理：分别处理放射性废渣、含氟废气、酸性废水、放射性废水和有机废液。

步骤 14 分解工段总结：提交分解率、回收率、放射性元素去向、除杂效果和一项工艺改进建议。

模块三 溶剂萃取与串级分离

步骤 15 萃取剂选择：根据目标元素、料液组成和纯度要求选择 P507、P204、环烷酸或 P350，并选择稀释剂。

步骤 16 单级萃取：设置 O/A、萃取剂浓度、料液酸度、混合时间和搅拌强度，检测有机相负载和水相残留。

步骤 17 洗涤和反萃：用稀酸洗去共萃杂质，再用高浓度酸或络合剂反萃稀土，检测反萃率和产品纯度。

步骤 18 串级萃取计算：输入料液组成、目标纯度、回收率、分离系数、萃取剂浓度和相比，估算理论级数。

步骤 19 串级设备布置与运行：布置混合澄清器，连接两相、洗液和反萃液，设置各级流量与进料位置，并处理界面失控。

步骤 20 串级产品检测：检测水相和有机相出口样品，计算实际纯度、回收率和分离系数。

步骤 21 级数优化：比较低于、等于和高于理论级数的方案，分析纯度、回收率、设备投资和运行成本。

步骤 22 物料衡算：计算总回收率、萃取剂单耗、酸碱消耗、有机相损失率和处理成本。

步骤 23 萃取工段安全环保处理：选择 VOCs、含酸废水、失效有机相及放射性有机相的处置方案并核查排放指标。

步骤 24 萃取工段总结：说明分离系数、理论级数、相比和级效率对串级分离的影响。

模块四 沉淀、灼烧与工段衔接

步骤 25 沉淀剂选择与沉淀操作：比较草酸、碳酸氢铵和碳酸钠；设置 pH、温度、过量系数、加料方式和陈化时间，检测沉淀率。

步骤 26 洗涤和母液处理：以电导率和杂质浓度判断洗涤终点，回收母液中的残余稀土。

步骤 27 灼烧制备氧化物：设置灼烧温度、保温时间、升温速率、气氛和装料厚度，检查灼减和分解程度。

步骤 28 氧化物质量检测：完成 XRD、ICP-OES、粒度、比表面积和灼减检测，评价产品等级。

步骤 29 沉淀灼烧工段总结：分析沉淀条件和灼烧条件对氧化物纯度、比表面积及粒度的影响。

步骤 30 全流程工段衔接：核查萃取液、沉淀物和氧化物是否满足下一工段进料要求，填写流转检查表。

模块五 熔盐电解制备金属钕

步骤 31 熔盐配方选择：依据相图和数据包选择 NdF_3-LiF-BaF_2 体系，计算各组分质量。

步骤 32 预热和脱水：设置预热温度、时间、升温速率和氩气流量，防止吸潮、水解和 HF 逸出。

步骤 33 电极装配：安装石墨阳极和钼或钨阴极，检查极距、电路、密封和保护气。

步骤 34 电解参数设定与启动：设置电解温度、电流、电流密度和槽电压，观察阳极气泡、金属聚集及电流效率。

步骤 35 过程巡检与异常处理：检测熔盐温度和 NdF_3 浓度，调整补料量，识别过热、阳极效应和树枝状析出。

步骤 36 金属收集和铸锭：停止电解、静置、倾析、浇铸和冷却，观察氧化膜、缩孔和裂纹。

步骤 37 金属产品检测：检测 Nd 主含量、O、N、H、Fe、Ca、Si、W 等指标并完成产品评级。

步骤 38 熔盐电解工艺优化：设计温度、电流密度和 NdF_3 浓度的正交实验，分析电流效率、纯度和能耗并验证最优组合。

模块六 全流程分析与答辩

步骤 39 全流程衡算与敏感性分析：计算各工段收率、总回收率、Nd 损失位置、能耗、药剂消耗和单位产品成本，绘制桑基图。

步骤 40 项目答辩：汇报工艺路线、参数优化、产品指标、安全环保措施和一项创新改进方案。

五、关键计算公式

1. 浸出率

$$\alpha=m_{RE,liquor}/m_{RE,ore}\times100\%$$

mRE,liquor 为进入浸出液的稀土质量，mRE,ore 为原料中的稀土质量。

2. 萃取分配比和萃取率

$$D=C_{org}/C_{aq}；\ E=D(O/A)/(1+D(O/A))\times100\%$$

Corg 和 Caq 分别为有机相和水相中的元素浓度。

3. 分离系数

$$\beta_{A/B}=D_A/D_B$$

分离系数越大，通常越有利于 A、B 两种元素的分离。

4. 草酸稀土溶度积

$$K_{sp}=[RE^{3+}]^2[C_2O_4^{2-}]^3$$

沉淀剂浓度和 pH 会影响沉淀完全度及杂质共沉淀。

5. 电解产量

$$m=\eta MIt/zF$$

Nd^{3+}还原时 z＝3。实际产量还受到投料、氧化损失和机械夹带影响。

6. 总回收率

$$R_{total}=R_1R_2\cdots R_n$$

各工段回收率以小数形式代入。

六、实验报告要求

1. 报告结构

1. 实验目的和任务。
2. 矿样组成和工艺流程图。
3. 关键参数和操作记录。
4. 实验结果、计算过程和产品检测单。
5. AI 反馈及其机理解释。
6. 一次失败操作或异常报警分析。
7. 全流程物料衡算、成本分析和敏感性分析。
8. 结论和工艺改进建议。

2. 报告中的最低计算要求

- 完成一次浸出率或分解率计算。
- 完成一次分配比、萃取率或分离系数计算。
- 完成一次沉淀率或灼减计算。
- 完成一次电解理论产量计算。
- 完成一次全流程总回收率计算。
- 说明一次物料衡算闭合误差及其可能来源。

七、常见问题与处理方法

问题	分析与处理
矿样识别正确但路线错误	工艺路线还取决于元素赋存状态、杂质、放射性元素和目标产品要求，不能只依据矿物名称。
提高浸取剂浓度后回收率不再增加	可能进入浸出平台区，也可能受到传质、渗流、矿物赋存状态或集液效率限制。
萃取率提高但纯度下降	可能发生相邻稀土共萃，需要同时检查分离系数、相比和萃取剂浓度。
实际串级效果低于理论值	检查级效率、混合时间、分相、进料级位置和分配比恒定假设。
沉淀率高但产品纯度低	检查杂质共沉淀、母液夹带和洗涤是否充分。
电流增大但金属纯度下降	可能出现电流密度过高、枝晶析出、共析或氧化损失。
产品合格但总回收率低	稀土可能在尾矿、残渣、废液、有机相或熔盐中损失，应进行逐元素衡算。
是否必须执行 AI 建议	不必须。应结合实验数据、安全边界和实验目的判断，并在报告中说明取舍理由。

八、成绩构成

评价项目	分值
课前测试和预习	10
过程操作规范性	25
参数设计与 AI 反馈分析	20
产品质量和检测报告	15
物料衡算与技术经济分析	20
安全环保和创新方案	10
总分	100