

РЕСПУБЛИКА УЗБЕКИСТАН
МИНИСТЕРСТВО ВЫСШЕГО И СРЕДНЕГО
СПЕЦИАЛЬНОГО ОБРАЗОВАНИЯ
НАВОЙСКИЙ ГОРНО-МЕТАЛЛУРГИЧЕСКИЙ
КОМБИНАТ
НАВОЙСКИЙ ГОСУДАРСТВЕННЫЙ ГОРНЫЙ
ИНСТИТУТ

Кафедра «Металлургия»

**МЕТОДИЧЕСКИЕ
УКАЗАНИЯ**

к выполнению лабораторных работ по курсу
«Комплексное использование сырья в металлургии»



Навои - 2012

Методические указания к выполнению лабораторных работ по курсу:
«Комплексное использование сырья в металлургии» / НГГИ, Навои, 2012,
45 с.

Методические указания предназначены для студентов, обучающихся
по направлению бакалавриата «5520400 – Металлургия».

Печатается по решению Учебно-методического совета Навоийского
государственного горного института.

ВВЕДЕНИЕ

Курс «Комплексное использование сырья в металлургии» считается одним из необходимых предметов для студентов, обучающихся по направлению «5520400 – Металлургия».

В курсе «Комплексное использование сырья в металлургии» освещены системы и методы разработки месторождений, обеспечивающие снижение потерь при добыче руд, описаны технологические схемы переработки окисленных и забалансовых руд и вскрышных пород, указаны пути повышения полноты и комплексности использования сырья при обогащении руд, металлургической переработке концентратов, коллективных продуктов обогащения, полупродуктов, пылей и газов металлургического производства, а также при переработке вторичного сырья, а также содержит описание ряда новых прогрессивных технологических процессов.

Курс «Комплексное использование сырья в металлургии» базируется на ранее пройденных курсах «Основы вторичной металлургии», «Теория и аппараты гидрOMETаллургических процессов», «Теория пирометаллургических процессов», «Аналитический контроль в металлургическом производстве», «Металлургия тяжелых цветных металлов», «Обогащение руд».

По курсу «Комплексное использование сырья в металлургии» согласно по учебному плану предусмотрены лабораторные работы в объеме 16 часов. В связи с этим составителями были разработаны методические указания к выполнению лабораторных работ для студентов-металлургов.

И Н С Т Р У К Ц И Я

по технике безопасности для студентов, выполняющих лабораторные работы.

Подготовка к выполнению лабораторной работы производится до начала занятий и состоит в проработке соответствующего раздела «Комплексное использование сырья в металлургии», по которому выполняется данная работа.

I. Все работы в лабораториях могут выполняться только лицами, ознакомленными с правилами безопасности при выполнении работ.

II. Студенты допускаются к выполнению лабораторных работ после сдачи руководителю лабораторных занятий заданий по работе и правилам безопасности, проведения работ.

III. Лабораторные занятия студентов проводится в присутствии руководителя и учебного лаборанта (препаратора).

IV. Все работы в отделении проводятся в установленной спецодежде. Спецодежду студент должен получить у дежурного лаборанта до проведения лабораторного занятия и сдать ему же эту одежду после окончания лабораторной работы.

V. Пуск и установку моторов производить, только став на изолирующий резиновый коврик и в такой последовательности, как задано по данной работе.

VI. Ремонт, протирка и чистка механизмов во время их движения воспрещается.

VII. Запрещаются различные замеры движущих частей (шкивов и др.) во время работы аппаратов.

VIII. После окончания работы выключить аппараты, закрыть водопроводные краны.

IX. Хранение и прием пищи в лаборатории запрещается.

X. После окончания работы обязательно тщательное вымывание рук.

XI. При несчастном случае немедленно выключить мотор, сообщить руководителю лабораторной работы и действовать в соответствии с инструкцией по технике безопасности, установленной в лаборатории (на стенде).

После проведения подробного инструктажа по технике безопасности преподавателем лабораторных занятий и сдачи его студентом, приступающим к заданию, студент может быть допущен к проведению лабораторных работ.

ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА №1. ПЛАВКА МЕДНЫХ КОНЦЕНТРАТОВ НА ШТЕЙН. (2 часа)

Цель работы: провести плавку на штейн и проанализировать полученные результаты.

Краткое теоретическое описание работы

Одним из способов переработки сульфидных медных концентратов является плавка в отражательных печах на штейн. Плавка может проводиться с предварительным обжигом и без него, что определяется, главным образом, экономическими соображениями.

Обжиг концентрата, который проводится для удаления части серы, связанной главным образом с железом, дает возможность регулировать степень десульфуризации при плавке. Обжиг целесообразно проводить при переработке высокосернистых концентратов с низким содержанием меди или повышенным содержанием цинка, мышьяка и сурьмы.

Назначение плавки - перевод меди в штейн и отделение компонентов пустой породы и части железа в шлак. Медный штейн представляет сложный расплав, состоящий в основном из сульфидов меди и железа, других металлов (в небольшом количестве), магнетита и шлаковых включений. Шлаки медной плавки являются сплавами силикатов оксидов железа (FeO) и кальция, некоторых других оснований, а также небольшим содержанием магнетита и сульфидов. Эти два главных продукта плавки имеют различный удельный вес и практически взаимно нерастворимы друг в друге. Они образуют в печи два жидких слоя, благодаря чему шлак отделяется от штейна.

В состав шихты отражательной плавки входят: сырой концентрат или огарок, флюсы и конвертерный шлак. В качестве флюсов, необходимых для получения требуемого состава отвальных шлаков, используют кварц и известняк. Конвертерный шлак заливают в печи с целью частичного извлечения из него меди и использования в качестве железосодержащего флюса.

Основными химическими соединениями, присутствующими в шихте медной плавки, являются сульфиды и оксиды, многочисленные физико-химические превращения и взаимодействия которых при нагреве и определяют ход процесса. При температурах около $950-1000^\circ\text{C}$ из шихт выплавляются легкоплавкие сульфиды. Сплавляясь друг с другом, они образуют штейновую фазу, в виде капель пронизывают слой расплава и спускаются в нижнюю часть расплава.

Образование шлака начинается позднее. Сначала плавятся наиболее легкоплавкие оксидные соединения - эвтектики, образуя первичный шлаковый расплав. Этот расплав, взаимодействуя с более тугоплавкими оксидами (SiO_2 , CaO , и др.), растворяет их, что ведет к завершению процесса шлакообразования.

Химическое взаимодействие при плавке огарка сводится к реакциям между штейновой и шлаковой фазами, т.е. между сульфидами и оксидами:



Высшие оксиды железа поступают в печь чаще всего с огарком. Эти реакции определяют степень десульфуризации при плавке огарка, которая составляет 20-25 %.

Плавка сырого (необожженного) концентрата включает процессы диссоциации высших сульфидов:



а также процессы взаимодействия сульфида и оксида железа, как при плавке огарка. Таким образом, степень десульфуризации при плавке сырого концентрата определяется процессами диссоциации и взаимодействия сульфидов и оксидов, и составляет при этом 40-50 %.

Шлак - отвальный или побочный продукт. Выход шлака и состав его, т.е. его физико-химические свойства (вязкость, плотность, поверхностное натяжение, температура плавления) определяют потери меди со шлаками.

Потери металлов со шлаками подразделяют на два вида: электрохимические и механические.

Электрохимические потери обусловлены ошлакованием оксида меди (Cu_2O) и частичным растворением ее сульфида в шлаковом расплаве. Размер их будет зависеть от состава жидких продуктов плавки и определяется равновесием реакции:



константа равновесия которой

$$K = \frac{[\text{Cu}_2\text{S}] \cdot (\text{FeO})}{(\text{Cu}_2\text{O}) \cdot [\text{FeS}]}, \quad (7)$$

откуда потери меди со шлаком равны:

$$(\text{Cu}_2\text{O}) = \frac{1}{K} \cdot \frac{[\text{Cu}_2\text{S}] \cdot (\text{FeO})}{[\text{FeS}]}. \quad (8)$$

Из последнего выражения видно, что содержание меди в шлаке возрастает с увеличением ее содержания в штейнах и с увеличением FeO в шлаке. С учетом этого стараются не получать штейны, содержащие более 30 % меди. Получение же очень бедных штейнов экономически невыгодно в связи с высокой стоимостью их дальнейшей переработки методом конвертирования.

Механические потери меди в шлаках в виде взвеси сульфидных включений связаны с неполным отстаиванием мельчайших частиц штейна. Размер потерь зависит от физико-химических свойств штейна и главным образом шлака от продолжительности отстаивания и от состояния расплавленной ванны.

Четкая зависимость потерь меди от физико-химических свойств шлаков определяет требования, предъявляемые к ним:

1 - шлак должен иметь достаточно низкую температуру плавления, чтобы при температуре печи переходить в расплавленное состояние и быть достаточно перегретым;

2 - шлак должен обладать небольшой вязкостью для лучшего отделения от штейна;

3 - плотность шлака должна быть небольшой; для хорошего расслаивания разница плотностей штейна и шлака должна быть больше единицы;

4 - шлак должен обладать наименьшей способностью к растворению сульфидов меди;

5 - шлак и штейн должны плохо смачивать друг друга;

6 - шлак должен быть дешевым, т.е. получаться при минимальном расходе флюсов.

Получение шлаков оптимального состава, удовлетворяющих с учетом экономических факторов требованиям данного металлургического процесса, достигается добавлением в шихту флюсов.

В практике современной отражательной плавки чаще всего получают шлаки с содержанием 36-42 % SiO_2 , 45-50 % FeO , 3-10 % CaO .

Необходимые материалы и оборудование

В лабораторных условиях плавку медного концентрата проводят в электропечи с силитовыми нагревателями. Для работы используют термостойкие графито-шамотные или алундовые тигли. Регулирование температуры производят претензионным регулятором типа ВРТ - 2 (датчиком температуры является термопара типа ПР). Схема установки представлена на рис. 1.

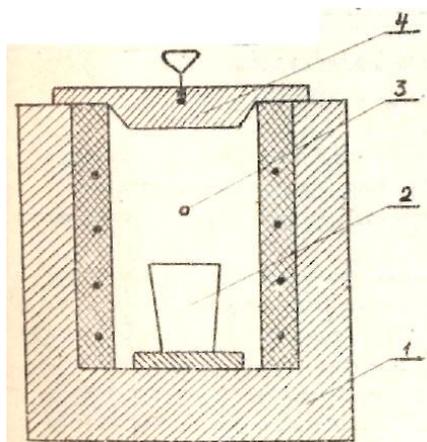


Рисунок 1 - Печь для плавки руд и концентратов: 1 - электропечь; 2 - тигель с шихтой; 3 - ввод термопары; 4 - крышка.

Шихта для плавки (в зависимости от задания) состоит из огарка или концентрата (таблица 1), флюсов и конвертерного шлака. Количество флюсов в конвертерном шлаке определяют расчетом.

Таблица 1 - Состав медных концентратов.

Номер концентрата	Cu	Fe	S	SiO ₂	CaO
1	13.5	36.5	29.0	2.7	0.5
2	36.5	7.1	17.0	25.5	2.5
3	15.7	31.6	30.4	0.7	0.2
4	24.7	34.9	22.6	1.7	0.7
5	17.0	25.0	19.5	15.0	1.5
6	11.2	24.0	20.0	19.0	3.5
7	21.3	28.2	25.4	9.4	0.1

Методика выполнения работы и указания по охране труда

Проведение работы начинается с расчета шихты. Состав концентрата, конвертерного шлака, флюса и другие данные, необходимые для расчета шихты, задаются преподавателем. Методика расчета шихты приведена в приложении 1.

После расчета взвешивают необходимое количество компонентов шихты, тщательно перемешивают их, загружают в предварительно прокаленный графито-шамотный или алундовый тигель и ставят в разогретой до 1300°C печь (пользуясь железными щипцами). По мере нагрева шихты можно наблюдать за процессом ее плавления. Смотреть в раскаленную печь можно только через защитные синие очки, работа около печи ведется в спецодежде. Вести плавку необходимо в исправном тигле без дефектов и трещин, ставить тигель в печь и вынимать из печи специальными щипцами, соблюдая осторожность, добавлять в расплав дополнительные порции шихты можно только после тщательной сушки и хорошего подогрева. После расплавления всей массы шихты тигель выдерживают в печи еще в течение 10 мин для лучшего расслаивания штейна и шлака. Затем тигель осторожно извлекают из печи и охлаждают. Следует познакомиться с некоторыми свойствами шлака в расплавленном состоянии. По ним можно приближенно судить о составе шлака. Если шлак кислый, содержит много кремнезема, то он обладает способностью вытягиваться в длинные нити, что объясняется значительной его вязкостью. Основной, сильножелезистый или известковистый короткий шлак не обладает способностью вытягиваться в нити. Это можно наблюдать при осторожном прикосновении железным прутом к поверхности расплавленного языка. После охлаждения продукты плавки выбивают из тигля. Штейн и шлак тщательно отделяют друг от друга и взвешивают.

Анализ результатов эксперимента

Вес штейна к шлака сравнивают с расчетным количеством продуктов плавки. Дают оценку выхода штейна и шлака и объясняют расхождение.

Указания по составлению отчета

Отчет по работе должен содержать:

- теоретическую сущность процесса отражательной плавки;
- характеристику шихты и продуктов плавки;
- эскиз отражательной печи;
- методику проведения работы;
- результаты лабораторной работы и качественную оценку полученных продуктов плавки.

Контрольные вопросы

1. Характеристика шихты отражательной плавки.
2. Химизм и механизм отражательной плавки.
3. Отличие плавки сырого концентрата и плавки огарка.
4. Сравнение технико-экономических показателей плавки сырого концентрата и плавки огарка.
5. Какие реакции определяют степень десульфуризации при отражательной плавке?
6. Какие виды топлива используются при отражательной плавке?

Список использованной литературы

1. Уткин Н.И. Metallургия цветных металлов. М.: Metallургия. 2000. 442 с.
2. Смирнов В.И. Metallургия меди и никеля. М., Metallургиздат, 2001. 235 с.
3. Гудима Н.В. и др. Технологические расчеты в metallургии тяжелых цветных металлов. М.: Metallургия, 2002. 255 с.
4. Снурников А.П. Комплексное использование минеральных ресурсов в цветной metallургии. М.: Metallургия, 1986. 384 с.

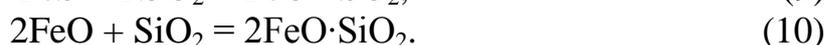
ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА №2 КОНВЕРТИРОВАНИЕ МЕДНЫХ ШТЕЙНОВ. (2 часа)

Цель работы: провести процесс конвертирования медных штейнов и уметь проанализировать полученные результаты.

Краткое теоретическое описание работы

Конвертирование медных штейнов является заключительной стадией переработки медных руд и концентратов на черновую медь. Этот процесс ставит своей целью полное удаление из штейна железа и серы. Медный штейн является промежуточным продуктом в процессе получения меди и представляет собой сплав сульфидов меди и железа с небольшим содержанием сульфидов других металлов и магнетита. Переработка медного штейна на черновую медь методом конвертирования осуществляется путем продувки через расплавленный штейн воздуха в присутствии кварцевого флюса. Основными реакциями процесса конвертирования являются реакции окисления сернистого железа и полусернистой меди кислородом вдуваемого воздуха. Вследствие разного сродства железа и меди к кислороду и сере конвертирование протекает в два периода.

Первый период. В этом периоде происходит окисление сернистого железа кислородом воздуха и ошлакование закиси железа кремнеземом кварцевого флюса:



Продувка продолжается до тех пор, пока не будет окислено практически полностью все сернистое железо штейна. После этого штейн по своему составу представляет почти чистую полусернистую медь, называемую на заводах "белым маттом". Реакция образования оксида железа (10) при низких температурах протекает медленно. Достаточную скорость она приобретает только при температуре выше 1200°C. В начале продувки штейна температура в конвертере обычно ниже 1280°C из-за его охлаждения при простое без дутья. Поэтому образовавшийся по реакции (9) оксид железа переокисляется кислородом воздуха до магнетита:



при этом температура в конвертере повышается.

Образовавшийся при низких температурах магнетит при повышении температуры в конвертере может в присутствии кремнезема частично восстанавливаться сернистым железом до FeO:



Наличие большого количества магнетита в конвертерном шлаке является нежелательным, так как приводит к обогащению шлака медью, делает его вязким и затрудняет дальнейшую переработку конвертерного шлака в отражательной печи. Для снижения содержания магнетита в конвертерном шлаке необходимо вести процесс при высокой температуре и при наличии достаточного количества кварцевого флюса. Конвертирование медных штейнов обычно проводится при температурах 1200-1350°C. Содержание кремнезема в конвертерном шлаке должно составлять 25-28%.

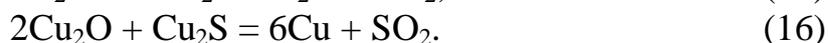
В первом периоде конвертирования возможно некоторое окисление полусернистой меди:



Однако образовавшийся оксид меди реагирует с сернистым железом и вновь переходит в сульфид, что обусловлено большим сродством железа к кислороду, а меди - к сере:



Второй период. После того как все сернистое железо будет окислено и конвертерный шлак слит из конвертера, начинается второй период процесса конвертирования. К этому времени расплавленная масса в конвертере представляет почти чистую полусернистую медь. Во втором периоде происходит частичное окисление полусернистой меди до оксида меди и взаимодействие последнего с полусернистой медью с образованием металлической меди:



Металлическая медь и полусернистая медь обладают при температурах конвертирования ограниченной взаимной растворимостью. Поэтому во втором периоде происходит расслаивание расплава с образованием металлического слоя.

Реакции (9) - (11) и (13) протекают со значительным выделением тепла. Поэтому при проведении процесса конвертирования дополнительная обогреть конвертера не требуется, а в некоторых случаях приходится снижать температуру в конвертере холодными присадками.

Необходимые материалы и оборудование

В лабораторных условиях конвертирование медного штейна проводится в тигле, который помещается в электропечь с силитовыми

нагревателями. Температура в печи измеряется платино-платинородиевой термопарой и регулируется прибором ПСР 1-03.

Подача воздуха в расплав осуществляется от лабораторной воздуходувки по алундовой трубке, расход воздуха замеряется ротаметром. Флюсы загружают через воронку. Схема установки представлена на рис.2.

Для проведения работы необходим медный штейн, состав которого дается преподавателем, и кварц с крупностью зерен 0.5-1 мм.

Методика выполнения работы и указания по охране труда

Работа начинается с расчета количества кварцевого флюса (см. Приложение 2), необходимого для образования шлака в первом периоде конвертирования. Состав штейна и другие необходимые для расчета данные задаются преподавателем. Для проведения работы берут 30 г штейна, штейн загружают в фарфоровый (или алундовый) тигель и ставят (осторожно, чтобы не треснул тигель) в предварительно разогретую электрическую печь. Когда штейн расплавится и температура в печи достигнет 1250°C на поверхность расплавленного штейна через загрузочную воронку загружают третью часть от общего рассчитанного количества кварца и пускается воздух.

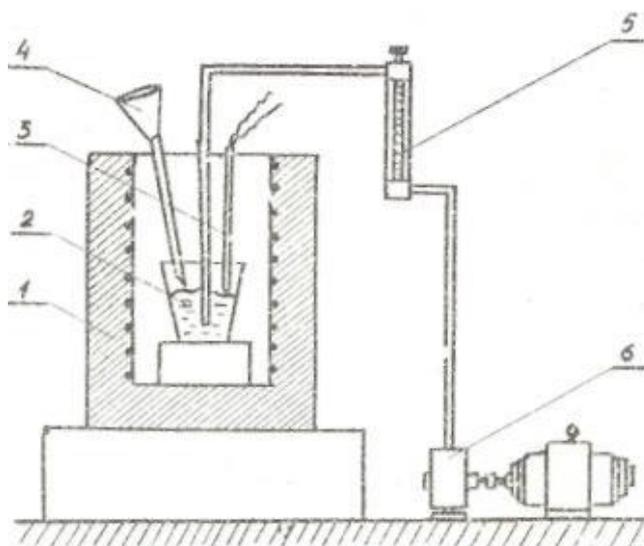


Рисунок 2 - Схема установки для продувки штейна на черновую медь: 1 - электропечь; 2 - тигель со штейном; 3 - термопара; 4 - загрузочная воронка; 5 - ротаметр; 6 - воздуходувка с электроприводом.

Конец фарфоровой трубки, из которого выходит воздух, должен находиться над поверхностью штейна в таком положении, как это показано на рис.2. Количество подаваемого воздуха и расстояние конца фарфоровой трубки от поверхности штейна регулируют таким образом, чтобы струя воздуха отдувала в сторону шлак, обнажая свободную поверхность штейна, не вызывая разбрызгивания его. Работать на установке можно только в защитных очках и спецодежде, соблюдая правила по технике безопасности. Конвертерный шлак снимают с поверхности штейна

железным прутком. Для этого концом слегка нагретого прутка прикасаются к поверхности шлака. Шлак прилипает (намерзает) к прутку, пруток извлекают из печи и отбивают от него шлак. Съем шлака надо проводить очень аккуратно, иначе вместе со шлаком будет извлечено значительное количество штейна. После съема шлака в тигель загружают следующую порцию кварца. Отбитый шлак собирают. При конвертировании небольшой навески штейна в тигле трудно заметить конец первого и начало второго периода. Поэтому часть шлака обычно остается в тигле до конца процесса и отбивается от черновой меди после ее охлаждения. Конец продувки определяют по очень характерному изменению цвета поверхности расплава. Появление голубого цвета расплавленной меди, а также прекращение выделения сернистого газа указывает на окончание процесса. Подачу воздуха после этого прекращают. По окончании продувки тигель извлекают из печи и охлаждают. Черновую медь выбивают из тигля, отделяют от остатков шлака и взвешивают. Шлак взвешивают отдельно. Полученные результаты сравнивают с расчётными и определяют извлечение меди в черновую медь.

Анализ результатов эксперимента

Полученные продукты плавки - конвертерный шлак и черновая медь взвешивают на технических весах. Рассчитывают извлечение меди в черновую медь. Например, если Вы получили 14 г меди, а содержание меди в черновом металле приняли равным 99%, тогда извлечение меди составит:

$$(14 \cdot 0.99 \cdot 100) \div (30 \cdot 0.5) = 92.4 \%$$

Указания по составлению отчета

Отчет по работе должен содержать:

- краткое описание теоретической сущности и химизма процесса;
- аппаратное оформление процесса конвертирования в промышленных условиях (эскиз конвертера);
- изложение методики проведения работы в лаборатории;
- необходимые расчеты;
- результаты работы с их критическим разбором.

Контрольные вопросы

1. Цель процесса конвертирования.
2. Продукты конвертирования, их состав.
3. Химизм процесса.
4. Флюсы (состав, качество).
5. Чем объясняется двухстадийность процесса?
6. Температурный режим конвертирования.
7. Организация работы конвертерного передела.
8. Конструкция горизонтального конвертера.
9. Оценка конвертерного передела

Список использованной литературы

1. Уткин Н.И. *Металлургия цветных металлов*. М.: *Металлургия*, 2000, 442 с.
2. Смирнов В.И. *Металлургия меди и никеля*. М., *Металлургиздат*, 2001. 235 с.
3. Гудима Н.В. и др. *Технологические расчеты в металлургии тяжелых цветных металлов*. М.: *Металлургия*, 2002. 255 с.
4. Снурников А.П. *Комплексное использование минеральных ресурсов в цветной металлургии*. М.: *Металлургия*, 1986. 384 с.

ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА №3
ЭЛЕКТРОЛИТИЧЕСКОЕ РАФИНИРОВАНИЕ МЕДИ.
(2 часа)

Цель работы: провести электролитическое рафинирование меди и проанализировать влияние основных технологических показателей на конечные результаты процесса.

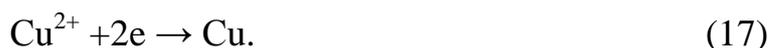
Краткое теоретическое описание работы

Электролитическое рафинирование меди проводится с целью дополнительной очистки её от примесей (после огневого рафинирования) и извлечения благородных металлов, которые концентрируются в меди на стадиях ее пирометаллургического получения.

При электролитическом рафинировании медные аноды помещают в ванную с электролитом - водный раствором сульфата меди и серной кислоты. Параллельно анодам подвешивают тонкие листы из чистой электролитической меди - катодные основы. Аноды подключают к положительному, а катодные основы - к отрицательному полюсам источника постоянного тока. Под воздействием постоянного тока медь на аноде растворяется:



в результате чего анод приобретает потенциал, близкий к + 0.34 В, а катод поляризуется отрицательно. Приблизившись к поверхности катода, ионы меди восстанавливаются на нем:



Возникающие нейтральные атомы меди образуют кристаллы меди, прочно прирастающие к катодной основе.

Процесс разряда на катоде более электроотрицательных ионов водорода с выделением газообразного водорода:



невозможен, пока концентрация меди в растворе не уменьшится до ничтожно малых значений, что никогда не достигается в практических условиях электролитического рафинирования с растворимыми анодами.

Анодная медь, поступающая на электролитическое рафинирование, является многокомпонентным сплавом, содержащим в небольших количествах многочисленные примесные компоненты (суммарно чаще всего до 1%).

По своему электрохимическому поведению примеси меди можно разделить на четыре группы согласно их положению в ряду напряжений

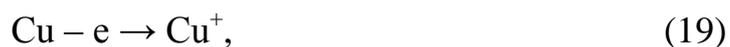
(приложение 3).

1. Более электроположительные - золото, серебро и платиновые металлы. При электролизе они не образуют ионов и по мере растворения анода в виде тонкого дисперсного осадка оседают на дно электролизной ванны, образуя шлам.

2. Более электроотрицательные - цинк, никель, железо и др. Эта группа примесей полностью переходит в раствор, в катодный осадок они попадают в результате захвата электролита растущими кристаллами катодной меди. Для предупреждения заметного загрязнения катодной меди этими примесями не допускают их накапливания в электролите выше определенного предела, отводя часть электролита на очистку. Свинец и олово, относящиеся по электрохимическим свойствам к этой группе примесей, в электролите не накапливаются, так как после анодного растворения они выпадают в виде нерастворимых соединений $PbSO_4$ и $Sn(OH)_4$.

3. Близкие по потенциалу к меди – As, Sb и Bi. Эти примеси являются наиболее вредными, так как накапливаясь в электролите, повышают вероятность их перехода в катодный осадок. Чтобы избежать попадания As, Sb и Bi на катод, необходимо медь максимально очищать от этих примесей при огневом рафинировании и регулярно направлять часть электролита на очистку.

4. Электрохимические нейтральные примеси - растворенные в меди химические соединения Cu_2O , Cu_2S , Cu_2Se и Cu_2Te . По мере растворения анода эти примеси подобно примесям первой группы осыпаются и переходят в шлам. Частично в шлам попадает и металлическая медь в результате образования на аноде катионов одновалентной меди:



Наиболее распространенной системой включения ванн является параллельно-последовательная, по которой катод и анод включены параллельно, а ванны в блоке - последовательно. При рафинировании меди в качестве электролита используют раствор сернокислой меди с высоким содержанием серной кислоты (32 - 45 г/л меди в 150 - 220г/л серной кислоты). Такие растворы обладают хорошей электропроводностью, очень устойчивы, нелетучи, что позволяет вести электролиз при повышенной температуре (50 - 65°C).

При электролитическом рафинировании потенциалы растворения меди на аноде и осаждения ее на катоде близки. Поэтому теоретически напряжение на ванне должно быть равным нулю. Практически же общее напряжение на ванне порядка 0.3 – 0.35 В. Напряжение при электролитическом рафинировании в основном затрачивается на преодоление сопротивления раствора (до 70-50 % всего напряжения), со-

противления в контактах, проводниках и шинах, на преодоление обратной электродвижущей силы, равной:

$$V = E_{\text{пол}} + I \cdot R_1 + I \cdot R_2, \quad (21)$$

где V - напряжение на ванне; $E_{\text{пол}}$ - напряжение, необходимое для преодоления обратной электродвижущей силы, возникающей в результате концентрационной поляризации; IR_1 - напряжение, необходимое для преодоления сопротивления электролита; IR_2 - напряжение, необходимое для преодоления всех прочих сопротивлений (шины, контакты).

С увеличением напряжения на ванне возрастает расход электроэнергии на электролитическое рафинирование меди, поэтому на практике стремятся вести процесс при возможно меньшем напряжении на ванне. Как видно из формулы, для этого необходимо, чтобы величины R_1 и R_2 были минимальными.

Для снижения сопротивления электролита его подогревают. Увеличение кислотности электролита также значительно повышает его электропроводность. При электролитическом рафинировании меди также происходит некоторое обеднение раствора ионами меди около катода и обогащение им раствора у анода, что и вызывает концентрационную поляризацию. Для выравнивания концентрации раствора применяется циркуляция. Вытекающий из ванны электролит направляется на подогрев и возвращается обратно в ванну. Часть его отбирается для очистки от примесей и регенерации. Необходимость регенерации обусловлена постоянным обогащением электролита медью при растворении в присутствующей в анодах закиси меди и непосредственно металлической меди в присутствии кислорода:



При электролитическом рафинировании меди выбирают оптимальную плотность тока от 200 до 320 А/м². При малых плотностях тока электролиз идет очень медленно, а при очень высоких - резко возрастает расход электроэнергии в результате роста напряжения на ванне. Расход электроэнергии на 1 т катодной меди составляет от 300 до 550 кВт·ч.

Важным показателем процесса электролитического рафинирования меди является выход по току, который определяет степень использования тока на полезные электрохимические процессы. Выходом по току называется выраженное в процентах окисление количества металла (в данном случае меди), осажденного на катоде в действительности, к тому количеству металла, которое получалось бы теоретически при пропускании того же количества электричества. Выход по току при электролитическом рафинировании меди обычно составляет 95 - 97 %.

Необходимые материалы и оборудование

Работа проводится на установке из двух ванн, объединенных в блок. На бортах боковых стенок ванн уложены токоподводящие шины. Промежуточная шина, уложенная на перегородке, разъединяющей блок на две ванны, для одной ванны является положительным полюсом, для другой - отрицательным. Катоды и аноды устанавливаются в ваннах в соответствии со схемой, показанной на рис.3. Для того, чтобы катодная штанга была соединена только с одной шиной, на одном ее конце имеется резиновая изоляция. Аноды одним ушком лежат на положительной шине, а на другом ушке имеется выступ, с помощью которого опираются на борт ванны, не касаясь шины, соединенной с отрицательным полюсом источника тока.

Методика проведения работы и указания по охране труда

Перед тем, как приступить к проведению работы по электролитическому рафинированию меди, необходимо с помощью наждачной бумаги тщательно зачистить все контакты: поверхность токоподводящих шин, анодные ушки и катодные штанги. Затем взвешивают катоды из обеих ванн, измеряют площадь катодов, которая будет погружена в электролит и, исходя из заданной преподавателем плотности тока, рассчитывают необходимую силу тока. Ванны в блоке включены последовательно, электроды в ванне - параллельно. Учитывая последовательное соединение ванн при вычислении силы тока необходимо брать площадь катодов только в одной ванне, так как к катоду ток идет с двух сторон (катод висит между двумя анодами), при определении площади одного катода надо учитывать обе его стороны.

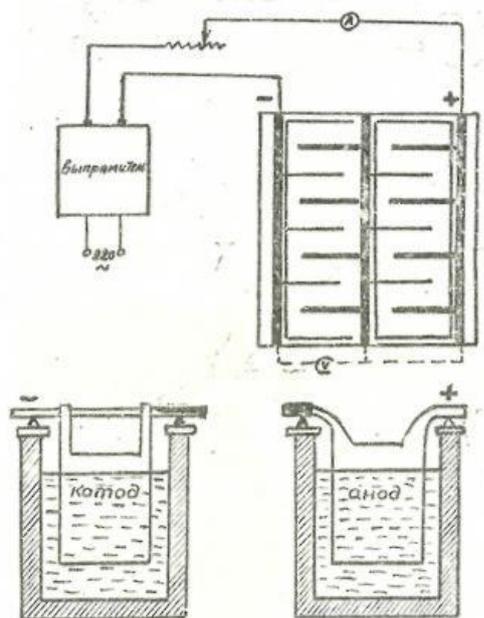


Рисунок 3 - Схема включения ванн и положение катода и анода в ванне.

Методика расчета тока.

Исходные данные: электролитическое рафинирование ведется на установке, состоящей из двух ванн. В каждой ванне имеется 4 анода и 3 катода. Все катоды имеют одинаковый размер. Ширина катода 40 мм, высота погруженной в электролит части его - 44 мм. Заданное время электролитического рафинирования 2 ч, катодная плотность тока $D \sim 200 \text{ А/м}^2$. Определить силу тока.

Расчет

Площадь одного катода с учетом обеих сторон:

$$f_k = 40 \cdot 44 \cdot 2 = 3520 \text{ мм}^2.$$

Площадь катодов в одной ванне:

$$F_k = f_k \cdot \Pi = 3520 \cdot 3 = 10560 \text{ мм}^2.$$

Так как $D = I / F_k$, то $I = D \cdot F_k = 200 \cdot 0,0106 = 2,12 \text{ А}$.

При проведении электролитического рафинирования необходимо следить за силой тока. Периодически, через 10 мин измеряют напряжение на блоке ванн и на одной ванне с помощью переносного вольтметра.

Показания приборов заносят в табл.2

Таблица 2 - Электрические характеристики электролизных ванн

Время от начала электролиза, мин	Показания амперметра, А	Показания вольтметра, В		Примечание
		на одной ванне	на блоке ванн	
0				
10				
20				
30				
40				
50				
60				
Средние показания				

По истечении времени электролиза, не выключая тока, катоды извлекают из ванны в фарфоровую чашку, промывают проточной водой, высушивают. Показатели процесса электролитического рафинирования заносят в табл.3.

Работа проводится в защитной спецодежде - в халате, установка должна быть заземлена, электролит - раствор серной кислоты заливается в ванну с большой осторожностью, необходимо избегать попадания раствора на кожу рук и на одежду,

Анализ результатов эксперимента

По окончании эксперимента необходимо рассчитать:

- среднеарифметическое значение напряжения на одной ванне и на блоке ванн;

- выход по току;
- расход электроэнергии;
- необходимо заполнить таблицу результатов эксперимента (табл.3).

Таблица 3 - Показатели процесса электролитического ратинирования меди.

Показатель процесса	Единица измерения	Значение
Плотность тока	А/м ²	
Температура электролита	°С	
Поверхность катодов в ванне	м ²	
Время	Ч	
Сила тока	А	
Напряжение в ванне	В	
Напряжение на блоке ванн	В	
Вес катодов до опыта	г	
Вес катодов после опыта	г	
Весовое количество осажденной меди	г	
Выход по току	%	
Расход электроэнергии	кВт ·ч/т меди	

Формулы для расчетов

Выход по току:

$$\eta = \frac{a}{n \cdot g \cdot I \cdot t} \cdot 100,$$

где а - вес осадка меди на катодах из ванн, г; n - число ванн, включенных последовательно; I - сила тока, А; t - продолжительность пропускания тока, ч; g - электрохимический эквивалент, г/А ·ч (для меди -1,186).

Предположим, что при рафинировании получено в двух ваннах 8.1 г меди. Тогда выход по току:

$$\eta = \frac{8.1}{2 \cdot 1.186 \cdot 2.12 \cdot 2} \cdot 100 = 95.5\%.$$

Расход электроэнергии на единицу катодной меди.

$$W = \frac{V \cdot I \cdot t \cdot 10^3}{a},$$

где W - расход электроэнергии, кВт·ч/т; V - напряжение на блоке ванн, В.

Предположим, что при электролитическом рафинировании меди напряжение на блоке двух шин составляло 0,8 А. Тогда расход электроэнергии на единицу катодной меди:

$$W = \frac{0.8 \cdot 2.12 \cdot 2 \cdot 10^3}{9.5} = 357 \text{ кВт} \cdot \text{ч/т.}$$

Указания по составлению отчета

Отчет по работе должен содержать:

- изложение сущности процесса электролитического рафинирования меди, электрохимические процессы, происходящие на аноде и катоде, поведение примесей;
- аппаратное оформление процесса в промышленных условиях (схема электрической цепи ванн, эскиз электролитной ванны);
- изложение методики проведения работы;
- полученные результаты;
- необходимые расчеты;
- обсуждение результатов.

Контрольные вопросы

1. Какие примеси могут быть удалены при огневом рафинировании, а какие при электролитическом?
2. Как и почему изменяется состав электролита при электролитическом рафинировании меди?
3. Как влияет плотность тока на скорость процесса электролиза, качество катодных осадков, расход электроэнергии?
4. Какие достоинства и недостатки имеет электролитическое рафинирование меди с реверсом тока?
5. Если увеличить концентрацию серной кислоты в электролите, как изменятся показатели процесса электролиза?
6. Что такое экономическая плотность тока?

Список использованной литературы

1. Уткин Н.И. Металлургия цветных металлов. М.: Металлургия. 2000. 442 с.
2. Смирнов В.И. Металлургия меди и никеля. М., Металлургиздат, 2001. 235 с.
3. Гудима Н.В. и др. Технологические расчеты в металлургии тяжелых цветных металлов. М.: Металлургия, 2002. 255 с.
4. Снурников А.П. Комплексное использование минеральных ресурсов в цветной металлургии. М.: Металлургия, 1986. 384 с.

ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА №4
ОКИСЛИТЕЛЬНЫЙ ОБЖИГ СУЛЬФИДНЫХ
КОНЦЕНТРАТОВ.
(2 часа)

Цель работы: Изучить влияние технологических параметров на показатели обжига сульфидных медных концентратов.

Краткое теоретическое описание работы

Целью окислительного обжига в пирометаллургии меди является частичное удаление серы и перевод части сульфидов железа в форму шлакуемых при последующей плавке оксидов. В гидрометаллургии меди обжиг служит переводу сульфидов металлов в растворимую в серной кислоте оксидную форму. При этом огарок надо получить в таком состоянии, чтобы он был наиболее благоприятней для осуществления последующих стадий технологии и в конечном счете обеспечил высокие технико-экономические показатели производства в целом. Кроме того, желательно полнее утилизировать образующийся при обжиге диоксид серы и выделяющий тепло.

Медная шихта, поступающая в обжиговые печи, состоит из концентратов, измельченных флюсов и оборотной пыли. В зависимости от температуры, в результате обжига в конечном продукте может образоваться сульфаты, оксиды и металлы. Кроме того, в системе могут протекать сульфаты, следующие виды вторичных реакций:

1. реакции окисления низших оксидов металла и серы до высших;
2. взаимодействие оксидов серы и металла (сульфатообразование);
3. взаимодействие оксидов металлов между собой и с кремнеземом (феррита и силикатообразование).

В современной практике обжиг сульфидных концентратов проводится в печах винящего слоя «КС». Данная технология имеет следующие преимущества перед ранее применяемыми:

1. высокая производительность (удельная производительность по площади пода в 3-4 раза выше, чем в многопудовых печах, и в 1,5 2 раза выше, чем при обжиге во взвешенном состоянии);
2. стабилизация режима обжига о повышение качества огарка;
3. повышение концентрации диоксида серы в газах и т.д.

Сущность обжига в печах «КС» заключается в том, что через слой шихты продувается восходящий поток; воздуха или обогащенного кислородом дутья с такой скоростью, при которой все зерна исходного материала приходят в непрерывное безвозвратное поступательное движение, похожее на кипящую жидкость.

Основные технологические показатели обжига в печах «КС» следующие: дисульфуризация 30-80%, удельная производительность (по шихте) 20-97 т/м² в сутки, содержание сернистого ангидрида в отходящих газах 10-14%, пылеунос (от веса шихты) 10-60%.

Необходимые материалы и оборудование

Работа выполняется на установке, моделирующей обжиг в кипящем слое. Принципиальная схема и методика работы описаны в методическом руководстве для выполнения лабораторных работ по курсу «Теория пирометаллургических процессов» составленный доц. Юсупходжаев А.А. (издано в 1983 г. в типографии ТашПИ, 61 с.).

Для работы необходимо приготовить:

1. Компрессор.
2. Секундомер.
3. Реометр.
4. Медный концентрат различной крупности и известным химическим составом.

При выполнении работы переменными являются следующие параметры:

1. Температура обжига 973°K, 1023°K, 1123 °K, (700°С, 750°С, 850°С).
2. Крупность концентрата.

Методика проведения работы и указания по охране труда

1. Провести ситовый анализ концентратов, отобрав каждой фракции по 50 г.
2. Взвесить на технических весах 5, 15, 10 г (по указанию преподавателя) концентрата минимальной крупности и поместить в тигель, загрузить в печь, нагретой до требуемой температуры.
3. Зафиксировать время начала опыта. По истечении указанного преподавателем времени тигель вынуть из печи, охладить и отобрать пробу огарка весом 1 г, которую проанализировать на содержание серы.

Анализ результатов эксперимента

1. Результаты экспериментов поместить в табл. 4 в зависимости от исследуемых параметров.

Таблица 4 - Результаты обжига.

Значение обжига	Температура, К°		Крупность зерен, мм	
	Опыт 1	Опыт 2	Опыт 1	Опыт 2
1. Масса огарка, г				
2. Выход огарка, %				
3. Содержание серы, % - концентрата - огарка				
4. Степень десульфуризации, %				

2. С помощью составленной программы (приложение 3) рассчитать результаты обжига, провести расчет шихты.

Указания по составлению отчета

Отчет по работе должен содержать:

- изложение сущности указанного процесса;
- аппаратное оформление процесса в промышленных условиях;
- изложение методики проведения работы;
- полученные результаты;
- необходимые расчеты;
- обсуждение результатов.

Контрольные вопросы

1. В чем заключается необходимость проведения обжига?
2. Цель и задачи данной лабораторной работы?
3. Как рассчитывается степень десульфуризации?
4. Порядок выполнения работы.
5. Какие виды агрегатов применяемых для обжига Вы знаете?

Список использованной литературы

1. Уткин Н.И. Металлургия цветных металлов. М.: Металлургия. 2000. 442 с.
2. Смирнов В.И. Металлургия меди и никеля. М., Металлургиздат, 2001. 235 с.
3. Гудима Н.В. и др. Технологические расчеты в металлургии тяжелых цветных металлов. М.: Металлургия, 2002. 255 с.
4. Снурников А.П. Комплексное использование минеральных ресурсов в цветной металлургии. М.: Металлургия, 1986. 384 с.

ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА № 5 СЕРНОКИСЛОТНОЕ ВЫЩЕЛАЧИВАНИЕ МЕДИ ИЗ ОКИСЛЕННОГО МЕДНОГО КОНЦЕНТРАТА. (2 часа)

Цель работы: Приобретение навыков проведения и исследования выщелачивания водорастворимых соединений металлов и получение продукционных растворов

Краткое теоретическое описание работы

Для выполнения работы необходимы окисленный медный концентрат с известным химическим составом и растворы. В настоящей работе в качестве окисленного медного концентрата используются огарки, полученные в работе № 1.

Раствор должен содержать 50 г/л серной кислоты. Выщелачивание окисленного медного концентрата проводится при отношении жидкого к твёрдому Ж:Т= 6:1. Объём необходимого растворителя составляет $20 \cdot 6 = 120$ мл.

В колбу ёмкостью 250 мл всыпается взвешенная порция концентрата, заливается раствор и при интенсивном перемешивании на магнитной мешалке с подогревом пульпы осуществляется выщелачивание (рис. 4).

Выщелачивание ведётся в течение 50 мин при температуре 45-50 °С.

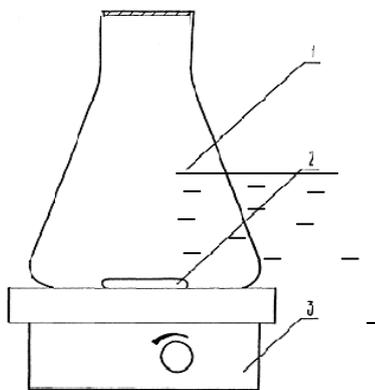


Рис.4 – Установка для выщелачивания: 1- колба, 2- магнит (перемешивающее устройство), 3- магнитная мешалка с подогревом.

Методика проведения работы и указания по охране труда

Приготовление раствора серной кислоты

Определим количество серной кислоты и воды необходимого для приготовления 120 мл раствора с концентрацией серной кислоты 50 г/л.

Удельный вес H_2SO_4 (конц) = 1,84 г/см³, соответственно объём 50 г H_2SO_4 будет равен $50 : 1,84 = 27,2$ см³ или 27,2 мл. Данный объём кислоты необходим для приготовления 1 л раствора. В нашем случае объём

раствора составляет 120 мл, соответственно, необходимый объём кислоты составит:

$$\begin{array}{l} 1000 - 27,2 \\ 120 - X \end{array} \quad \begin{array}{l} X = 120 \cdot 27,2 / 1000 = 3,26 \text{ мл (H}_2\text{SO}_4\text{)} \\ \text{Необходимый объём воды} \\ 120 - 3,26 = 116,74 \text{ мл} \end{array}$$

Определение содержания меди в растворе

После проведения опыта мешалку отключают и пульпу отстаивают. Затем около половины объёма пульпы фильтруют без промывки осадка водой.

От фильтрата пипеткой отбирают в коническую колбу 10 мл раствора для определения содержания меди.

Определение меди в растворах выщелачивания производится с использованием колориметрической шкалы. Колориметрическая шкала — это эталон, по которому можно судить о концентрации применяемого или получаемого раствора. При наличии эталона концентраций можно быстро приготовить раствор заданной концентрации и, кроме того, применить растворы окрашенных солей для колориметрических определений.

Необходимые материалы и оборудование

- окисленный медный концентрат;
- магнитная мешалка;
- раствор серной кислоты концентрацией 50 г/л;
- колба ёмкостью 250 мл;
- весы технические.

Анализ результатов эксперимента

Определение извлечения меди в раствор приведено на следующем примере:

Содержание меди в окисленном концентрате (огарок полученный в работе №1) 20, 6%. Количество меди в навеске массой 20 г составит:

$$20 \cdot 0,206 = 4,12 \text{ г.}$$

Примем, что содержание меди в растворе после выщелачивания определённое по колориметрической шкале 30 г/л. Соответственно в 120 мл раствора количество меди будет:

$$\begin{array}{l} 1000 - 30 \\ 120 - X \end{array} \quad X = 120 \cdot 30 / 1000 = 3,6 \text{ г}$$

Извлечение меди из 20 г навески в 120 мл раствора составит:

$$\varepsilon = 3,6 : 4,12 \cdot 100 = 76,7 \%$$

где ε - извлечение меди в раствор, %.

Указания по составлению отчета

Отчет по работе должен содержать:

- изложение сущности процесса;
- аппаратное оформление процесса;
- изложение методики проведения работы;
- полученные результаты;
- необходимые расчеты;
- обсуждение результатов.

Контрольные вопросы

1. Какова цель сернокислотного выщелачивания медных огарков?
2. При какой температуре производится сернокислотное выщелачивание окисленных медных соединений?
3. По какой причине не производят выщелачивание меди из сульфидных соединений?
4. Каково соотношение жидкого к твёрдому при выщелачивании?

Список использованной литературы

1. Уткин Н.И. Metallургия цветных металлов. М.: Metallургия. 2000. 442 с.
2. Смирнов В.И. Metallургия меди и никеля. М., Metallургиздат, 2001. 235 с.
3. Гудима Н.В. и др. Технологические расчеты в metallургии тяжелых цветных металлов. М.: Metallургия, 2002. 255 с.
4. Снурников А.П. Комплексное использование минеральных ресурсов в цветной metallургии. М.: Metallургия, 1986. 384 с.

ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА № 6
ОСАЖДЕНИЕ МЕДИ ИЗ РАСТВОРА СУЛЬФАТА МЕДИ
ЭЛЕКТРОЛИЗОМ.
(2 часа)

Цель работы: Приобретение навыков электролиза меди из растворов и определение основных параметров электролиза.

Краткое теоретическое описание работы

Работа проводится на основе законов Фарадея. Химический грамм-эквивалент вещества равен 26,8 электрохимического эквивалента (электрохимический эквивалент — это количество вещества, выделяемое зарядом в 1 К электричества).

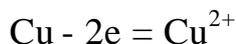
Однако практически при электроосаждении некоторых металлов одновременно с основной реакцией проходят побочные процессы, и металла осаждается на катоде при прохождении 96500 К электричества несколько меньше, чем 1 *г-экв.* Поэтому законы Фарадея следует применять суммарно ко всем реакциям.

Для опыта подбирают медные провода с поперечным сечением 1,5—2,5 мм², чтобы избежать их нагревания. Электроды — медные пластинки. Катод должен быть с хорошо очищенной и гладкой (отполированной) поверхностью. Для равномерного отложения меди на обеих сторонах катода рекомендуется взять две одинаковые медные пластинки (аноды) и расположить их с двух сторон на равном расстоянии от катода. Для повышения электропроводности раствора электролита электроды сближают до допустимого интервала. Силу тока рассчитывают по поверхности катода. Оптимальной плотностью тока для выделения меди является ток от 0,002 до 0,02 А/см². Если, например, поверхность катода будет равна 10 см², 32 см² или 40 см², то сила тока не должна быть более 0,2 А, 0,64 А и 0,8 А. При этом в течение часа меди должно выделиться примерно 0,236 г, 0,752 г и 0,948 г.

При включении постоянного тока от анода к катоду во внешней цепи идут электроны, в результате чего анод заряжается положительно, а катод отрицательно. В растворе электролита к катоду направляются положительно заряженные ионы Cu²⁺, которые получают недостающие электроны и отлагаются в виде нейтральных атомов на катоде:



С анода уходят в раствор ионы меди, отдавая на катод по два электрона:



Необходимые материалы и оборудование

Электролит, дистиллированная вода, колба плоскодонная на 1 л, стакан 0,5 л, электролитическая ванна (лучше квадратного сечения), несколько стеклянных воронок, весы лабораторные технические с

разновесом, медные соединительные провода с изоляцией, три медные пластинки для электродов, выпрямитель с регулятором напряжения тока, миллиамперметр, вольтметр, крепление для электродов, позволяющее сдвигать и раздвигать их, термометр для измерения температуры ванны, фильтровальная бумага или сушильный шкаф с термометром, ступка с пестиком.

Методика проведения работы и указания по охране труда

1. Подготовить таблицу 5 для записи данных опыта.

Масса катода в г		Масса меди в г	Сила тока в А	Напряжение в В	Время электролита в сек.		
до опыта	после опыта				начало опыта	окончание опыта	продолжи- тельность

2. Подготовить электролит: 1) измельчить кристаллический сульфат меди $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$, отвесить 150 г и растворить в 0,5 л дистиллированной воды; 2) отмерить 27,2 мл концентрированной серной кислоты ($\rho=1,84$); 3) отмерить 50 мл этилового спирта; 4) слить все это вместе и прилить еще 0,5 л дистиллированной воды (если ванна рассчитана только на 0,5 л дистиллированной воды, то всех веществ взять вдвое меньше).

3. Подготовить электроды.

4. Взвесить катод с точностью и записать результат.

5. Составить цепь для электролиза сульфата меди, включив выпрямитель, миллиамперметр, вольтметр (если его нет в выпрямителе) и ванну, подготовленную для электролиза.

6. Включить установку в осветительную сеть. Отрегулировать силу тока в соответствии с размерами поверхности катода.

7. В процессе электролиза следить за показаниями миллиамперметра и при необходимости регулировать. Время начала электролиза записать.

8. По окончании опыта сначала вынуть электроды из ванны. Катод быстро промыть дистиллированной водой, затем этиловым спиртом, высушить фильтровальной бумагой, обернув его с легким нажимом. Прodelать эту операцию несколько раз. Высушить катод с медью можно и в сушильном шкафу при температуре 80-90°C.

9. После охлаждения взвесить и записать результат.

10. Вычислить массу выделившейся меди и продолжительность электролиза, записать результат.

Указания по составлению отчета

Отчет по работе должен содержать:

- изложение сущности процесса электролитического рафинирования меди, электрохимические процессы, происходящие на аноде и катоде, поведение примесей;
- аппаратное оформление процесса в промышленных условиях (схема электрической цепи ванн, эскиз электролитной ванны);
- изложение методики проведения работы;
- полученные результаты;
- необходимые расчеты;
- обсуждение результатов.

Контрольные вопросы

1. Что такое химический эквивалент?
2. Какое напряжение на ванне при электроосаждении меди из сернокислых растворов?
3. Какая сила при электроосаждении меди из сернокислых растворов?
4. Из какого материала изготовлены катоды для электроосаждения меди?

Список использованной литературы

1. Уткин Н.И. Металлургия цветных металлов. М.: Металлургия. 2000. 442 с.
2. Смирнов В.И. Металлургия меди и никеля. М., Металлургиздат, 2001. 235 с.
3. Гудима Н.В. и др. Технологические расчеты в металлургии тяжелых цветных металлов. М.: Металлургия, 2002. 255 с.
4. Снурников А.П. Комплексное использование минеральных ресурсов в цветной металлургии. М.: Металлургия, 1986. 384 с.

ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА № 7
ИЗУЧЕНИЕ ОТСТАИВАНИЯ ТВЁРДЫХ ЧАСТИЦ В
ЖИДКОСТИ
(2 часа)

Цель работы: исследование основных стадий разделения жидких продуктов металлургической плавки (шлака и штейна) на холодной модели.

Краткое теоретическое описание работы

Плавка сырого сульфидного медного концентрата в отражательной печи происходит по следующему механизму. Нагрев шихты, лежащей на поверхности откосов за счёт тепла, излучаемого факелом, сопровождается сушкой материала и термической диссоциацией высших сульфидов и других неустойчивых соединений. По мере нагрева в поверхностных слоях шихтовых откосов начинают плавиться легкоплавкие составляющие шихты. Образующийся при этом первичный расплав стекает по поверхности откосов, растворяет в себе более тугоплавкие компоненты и попадает в слой шлакового расплава. С этого момента фактически начинается разделение шлаковой и штейновой фаз.

Штейн является металлосодержащим продуктом плавки и его плотность как минимум 1-2 единицы тяжелее шлака, т.е. во всех случаях он будет располагаться в нижней части расплавленной ванны. Полнота разделения жидких продуктов плавки будет определяться скоростью оседания мельчайших капель штейна в шлаке.

Расчёт скоростей (V , м/с) оседания штейновых частиц из шлакового расплава можно выполнить по формуле Стокса с поправками Адамара и Рябчинского:

$$V = \frac{2}{3} \cdot \frac{(d_{\text{шт}} - d_{\text{шл}}) \cdot r^2}{\eta_2} \cdot g \cdot \frac{3 \cdot (\eta_1 + \eta_2)}{(3\eta_1 - 2\eta_2)}, \quad (24)$$

где r – радиус штейновых включений, см

$d_{\text{шт}}$ – плотность штейна, г/см³

$d_{\text{шл}}$ – плотность шлака, г/см³

η_1 и η_2 - вязкость более плотной и менее плотной фаз;

g – ускорение силы тяжести.

Ускорению и полноте отстаивания взвешенных в шлаке металлизированных частиц способствуют также высокое межфазное натяжение на границе их раздела, понижающее взаимную смачиваемость контактирующих фаз и интенсивный массообмен. Чем спокойнее будет среда, тем медленнее идёт выделение взвешенных частиц. Интенсификация массообмена за счёт перемешивания приведёт к ускорению процесса отстаивания за счёт укрупнения (коалесценции)

мелких включений в результате их слияния при столкновении. Наибольший эффект достигается при принудительном перемешивании расплава газовыми пузырьками (воздушным дутьём, газообразными продуктами химических реакций и т.п.).

Большая длительность завершения процесса разделения жидких продуктов плавки по сравнению с процессами плавления и шлакообразования подтверждается практикой и многочисленными экспериментальными исследованиями. По этой причине именно скорость жидких продуктов и будет определять скорость плавки в целом, т.е. конечную производительность плавильного агрегата, а также величину потерь металлов со шлаками.

Необходимые материалы и оборудование

1. Стеклянные цилиндры с нанесёнными рисками.
2. Металлические шарики различных размеров и плотности.

Методика проведения работы и указания по охране труда

Лабораторная работа проводится на холодной модели, представляющей собой набор из двух стеклянных цилиндров, на стенки которых имеются две риски на расстоянии 150 мм друг от друга и металлические шарики отличающиеся плотностью и размерами. Внутри цилиндров помещены жидкости с различной вязкостью.

Перед началом работы студент получает цилиндры, на которых указаны исходные параметры - вязкость среды, размер шариков и их плотность.

В цилиндр поочерёдно опускаются шарики. Шарик начинает пускаться вниз со скоростью определяемой параметрами среды и самого шарика. Производится визуальное наблюдение за поведением шарика при отстаивании, с помощью секундомера фиксируется время прохождения им расстояния между верхней и нижней рисками. Результаты заносятся в таблицу 6.

Таблица 6 – Результаты эксперимента.

№ опыта	Вязкость среды, пуаз	Радиус шарика, см	Плотность жидкости, г/см ³	Плотность материала шарика, г/см ³	Расстояние между рисками, см	Время падения шарика, с

Указания по составлению отчета

Отчет по работе должен содержать:

- изложение сущности процесса;
- аппаратное оформление процесса;
- изложение методики проведения работы;
- полученные результаты;

- необходимые расчеты;
- обсуждение результатов.

Контрольные вопросы

1. Что такое штейн?
2. Какие факторы влияют на ускорение падение шарика в жидкости?
3. Каким способом, на ваш взгляд, можно увеличить скорость плавки?

Список использованной литературы

1. Уткин Н.И. Metallургия цветных металлов. М.: Metallургия. 2000. 442 с.
2. Смирнов В.И. Metallургия меди и никеля. М., Metallургиздат, 2001. 235 с.
3. Гудима Н.В. и др. Технологические расчеты в metallургии тяжелых цветных металлов. М.: Metallургия, 2002. 255 с.
4. Снурников А.П. Комплексное использование минеральных ресурсов в цветной metallургии. М.: Metallургия, 1986. 384 с.

ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА № 8. АВТОГЕННЫЙ ОБЖИГ СУЛЬФИДНЫХ ЦИНКОВЫХ КОНЦЕНТРАТОВ.

Цель работы: исследование процесса окислительного обжига сульфидных цинковых концентратов с целью перевода цинка в водорастворимую форму.

Краткое теоретическое описание работы

Основным источником получения цинка являются сульфидные медно-свинцово-цинковые и свинцово-цинковые руды. В сульфидных рудах цинк обычно присутствует в виде следующих минералов: сфалерита ZnS , вуртцита и марматита $n ZnS \cdot m FeS$.

Цинковые концентраты селективного флотационного обогащения полиметаллических руд содержат, %: Zn – 48-60 %; Pb – 1,5-2,5%; Cu – 1-3%; Fe – 3-10%; до 0,25% Cd; S – 30-38%; до 10 % пустой породы (SiO_2 , CaO, Al_2O_3).

В настоящее время цинковые концентраты в основном перерабатываются гидрометаллургическим способом, что требует предварительного перевода сульфидных соединений цинка в окисленные формы путём обжига.

Обжиг цинковых концентратов проводится с целью подготовки материала к дальнейшей гидрометаллургической переработке методом выщелачивания. Задача обжига состоит в том, чтобы практически полностью окислить сульфиды, перевести цинк в форму растворимого в серной кислоте оксида.

Однако на практике серу из цинковых концентратов полностью не выжигают. В огарке оставляют 3-4% серы, содержащейся в нем в основном в форме $ZnSO_4$, что обеспечивает компенсацию потерь серной кислоты в технологическом цикле. Степень десульфуризации составляет 90 – 93 %.

Основной реакцией протекающей при обжиге цинкового концентрата является:



Необходимые материалы и оборудование

-сульфидный цинковый концентрат (20 г) известного химического состава;

- муфельная печь;
- противень из стали;
- щипцы тигельные;
- стальной гребок;
- весы технические;
- ступка фарфоровая с пестом.

Методика проведения работы и указания по охране труда

Для проведения обжига берется 20 г сульфидного цинкового концентрата. Концентрат насыпают в противень из стали, который помещают в предварительно нагретую до 800 °С муфельную печь. Обжиг проводят в течении 40 - 60 мин.

Обжиг проводится при открытой дверце муфеля, чтобы в печь был свободный доступ воздуха, и при перемешивании концентрата железным гребком. Ставить противень в печь и вынимать из печи следует специальными щипцами с соблюдением большой осторожности.

По окончании опыта противень осторожно извлекается из печи и огарок охлаждается в течение 15-20 мин. Затем огарок взвешивается и определяется содержание оставшейся в нем серы.

Анализ результатов эксперимента

После проведения лабораторной работы необходимо определить следующие показатели: выход огарка и степень десульфуризации.

1. Выход огарка определяется по следующему уравнению

$$\gamma = m_1/m_0 \cdot 100 \text{ \%},$$

где m_0 – масса концентрата, г; m_1 – масса огарка, г.

2. Определения степени десульфуризации приведена на следующем примере:

Химический состав сульфидного цинкового концентрата %; Zn - 50,0; Pb -3,0; Cd -0,2; Cu -0,1; Fe -6,0; S – 32,0; SiO₂ – 3,0; Al₂O₃ – 0,5; CaO – 0,3 .

Из минералогического состава концентрата следует, что цинк находится в концентрате в виде минерала сфалерит ZnS. При окислительном обжиге все сульфидные соединения окисляются и переходят в окисленную форму. Степень десульфуризации определяем убылью в весе обожженной навески. Убыль в весе происходит в результате разложения сульфидов, с удалением серы в форме SO₂ в газовую атмосферу.

Пример расчёта:

Масса исходной навески $m_0 = 10$ г. Количество цинка серы ней (согласно химического состава) $m_{0S} = 3,2$ г. После обжига масса навески $m_1 = 7,12$ г.

Убыль в весе $\Delta m = m_0 - m_1 = 10 - 7,12 = 2,88$ г., Δm равна количеству серы удалённой в форме SO₂ . Отсюда определяем степень десульфуризации Д:

$$Д = 2,88/3,2 \cdot 100 = 90,0 \text{ \%}.$$

Результаты лабораторной работы заносятся в таблицу 7.

Таблица 6 – Результаты эксперимента.

m_0	m_1	Δm	γ , ВЫХОД огарка, %	Д, %

Контрольные вопросы

1. Для чего проводится обжиг цинковых концентратов?
2. Опишите алгоритм данной лабораторной работы.
3. Какая реакция является основной при обжиге цинкового концентрата?

Список использованной литературы

1. Севрюков Н.Я., Кузьмин Б.Д., Челищев Е.В. Общая металлургия. М.: Металлургия, 1976. 364 с.
2. Ванюков А.В., Уткин Н.И. Комплексная переработка медного и никелевого сырья. М.: Металлургия, 1988. 298 с.

РАСЧЕТ ШИХТЫ ДЛЯ ПЛАВКИ МЕДНЫХ КОНЦЕНТРАТОВ

Расчет шихты проведем на 100 г огарка. При плавке сырого концентрата расчет ведется аналогично, только меняются степень десульфуризации и извлечение меди в штейн.

Исходные данные:

Состав огарка, %: Cu - 13; Fe - 44.5; Zn - 2.7; S - 13.5; SiO₂ – 6.0; CaO -

1.3.

Степень десульфуризации - 23%.

Извлечение меди в штейн - 95%.

Содержание серы в штейне (по правилу Мостовина) - 25%.

Состав флюсов: кварц (100% Is); известняк (56% CaO).

Состав конвертерного шлака, %: Cu - 1.5; Fe - 50; SiO₂ - 26.0.

Извлечение меди из конвертерного шлака: 85 %.

Плавку ведем на один из шлаков, представленных в таблице 4.

Таблица 4 – Состав шлаков.

Номер шлака	SiO ₂	FeO	CaO
1	34.0	50.0	6.0
2	34.0	48.0	8.0
3	35.0	50.0	5.0
4	35.0	45.0	10.0
5	36.0	50.0	4.0
6	36.0	45.0	9.0
7	37.0	48.0	5.0
8	37.0	50.0	3.0
9	38.0	45.0	7.0
10	38.0	48.0	6.0

Расчет

Плавка огарка без конвертерного шлака

Плавку ведем на шлак №5: 36.0 % SiO₂; 50.0 % FeO; 4.0 % CaO.

1. Определение состава шлака:

а. Количество шлака: расчет ведем по сере с учетом степени десульфуризации:

$$13.5 \cdot 0.77 = 25\%$$

$$x = 100\%, \text{ отсюда } x = 41.6 \text{ г штейна.}$$

б. Содержание Cu:

$$13.5 \cdot 0.95 = x$$

$$41.6 = 100\%, \text{ отсюда } x = 30\% \text{ Cu.}$$

в. Содержание Zn: примем, что 40% Zn при плавке огарка перейдет в

штейн, тогда:

$$2.7 \cdot 0.4 - x$$

$$41.6 - 100\%, \text{ отсюда } x = 2.6\% \text{ Zn.}$$

г. Содержание O_2 : в медных штейнах всегда содержится кислород в виде растворенного магнетита и его содержание зависит от содержания в штейне меди и определяется по зависимостям Аветисяна:

% Cu в штейне	10	20	30	40	45	50
% O_2 в штейне	6.54	5.38	4.21	3.02	2.49	1.90

В штейне с 30% Cu содержится 4.21% O_2 .

д. Содержание прочих компонентов в штейне принимается как 2%.

е. Содержание Fe: определяется по разности:

$$100 - (30 + 25 + 2.6 + 4.21 + 2) = 36.19\% \text{ Fe.}$$

Состав штейна представим в виде таблицы 5.

Таблица 5 - Состав штейна.

Компоненты	Содержание	
	грамм	%
Cu	12.5	30.0
Fe	15.05	36.19
S	10.4	25.0
Zn	1.07	2.6
O_2	1.75	4.21
Прочие	0.83	2.0
Всего	41.6	100

2. Определение предварительного состава шлака (без добавки флюсов).

а. Содержание FeO: в шлак перейдет

$$44.5 - 15.05 = 29.45 \text{ г Fe, что в пересчете на FeO составит:}$$

$$\frac{29.45 \cdot 72}{56} = 37.9 \text{ г FeO.}$$

б. Содержание SiO_2 и CaO: эти основные шлаковые компоненты переходят из огарка в шлак полностью.

в. Сумма FeO+SiO₂+CaO в шлаке при расчете принимается как 90 %. Теперь можно найти предварительный состав шлака (табл. 6).

Из данных таблицы 4 видно, что состав полученного шлака резко отличается от заданного, и такой шлак не будет обладать необходимыми физико-химическими свойствами. Для получения шлака заданного состава необходимо добавить флюсы: кварц и известняк.

Таблица 6 - Предварительный состав шлака.

Компоненты	Содержание	
	грамм	%
FeO	37.9	75.45
SiO ₂	6.0	11.95
CaO	1.3	2.6
Всего	45.2	90.0

3. Расчет количества флюсов.

Обозначим потребное количество кварца X, потребное количество известняка Y. После добавки флюсов количество шлака будет равно:

$$45.2 + X + 0.56Y.$$

Чтобы определить X и Y составляем два балансовых уравнения:

$$\text{по SiO}_2 \quad 6 + X = 0.36 \cdot (45.2 + X + 0.56 \cdot Y);$$

$$\text{по CaO} \quad 1.2 + 0.56 \cdot Y = 0.04 \cdot (45.2 + X + 0.56 \cdot Y).$$

В результате решения этих уравнений

$$X = 16.75 \text{ г SO}_2; Y = 2.2 \text{ г CaO.}$$

Состав шихты для плавки:

Огарок – 100 г;

Кварц – 16.75 г;

Известняк – 2.2 г.

Итого 118.95 г.

Плавка огарка с конвертерным шлаком.

Плавка на шлак №2.

1. Определение состава штейна – аналогичен предыдущему.

2. Определение состава штейна с учетом извлечения меди из конвертерного шлака.

а. Количество конвертерного шлака: при продувке штейна на черновую медь получается конвертерный шлак, который является обратным продуктом. Количество его может быть найдено исходя из того, что при конвертировании всё железо переходит в конвертерный шлак.

Тогда при конвертировании 41.6 г штейна (табл. 4) получится следующее количество конвертерного шлака:

$$15.05 \text{ г Fe} - 50\%$$

$$x \quad - 100\%,$$

$$x = 30.1 \text{ г конвертерного шлака.}$$

б. Содержание Cu: примем, что благодаря извлечению меди из конвертерного шлака количество штейна увеличится, но его состав не изменится. Это равносильно тому, что образуется дополнительное количество такого же состава, т.е. количество Cu, перешедшей из конвертерного шлака, равно:

$$30.1 \cdot 0.015 \cdot 0.85 = 0.38 \text{ г Cu}$$

$$\text{Всего в штейне: } 12.5 + 0.38 = 12.88 \text{ г Cu}$$

в. Общее количество штейна.

$$\begin{array}{r} 12.88 \text{ г Fe} - 30\% \\ \times \quad \quad - 100\%, \end{array}$$

$x = 43$ г конвертерного шлака.

г. Содержание железа в штейне: $43 \cdot 0.3619 = 15.6$ г Fe.

Состав штейна представлен в таблице 7.

3. Определение предварительного состава шлака (без добавки флюсов).

а. Содержание FeO:

в шлак перейдет железа

$$44.5 + 15.05 - 15.6 = 43.96 \text{ г Fe.}$$

В пересчете на $\frac{43.96 \cdot 72}{56} = 56.5$ г FeO.

б. Содержание SiO₂ и CaO:

SiO₂ и CaO перейдут в шлак полностью:

$$\text{SiO}_2 - 6.0 + 30.1 \cdot 0.26 = 13.83 \text{ г;}$$

$$\text{CaO} - 1.3 \text{ г.}$$

в. Сумму FeO + SiO₂ + CaO в шлаке примем равной 90 %. Предварительный состав шлака представлен в таблице 8.

Таблица 7 - Состав штейна.

Компоненты	Содержание	
	грамм	%
Cu	12.88	30.0
Fe	15.6	36.19
S	10.75	25.0
Zn	1.11	2.6
O ₂	1.80	4.21
Прочие	1.86	2.0
Всего	43.00	100.0

Таблица 8 - Предварительный состав шлака.

Компоненты	Содержание	
	грамм	%
FeO	56.5	78.9
SiO ₂	13.83	19.3
CaO	1.3	1.8
Всего	71.63	100

Данные таблицы 6 показывают, что шлак, полученный при плавке огарка с конвертерным шлаком без добавки флюсов, но по своему составу не удовлетворяет требованиям, предъявляемым к шлакам отражательное плавки. Железистый шлак будет иметь большой удельный вес и обладать

высокой способностью растворять сульфиды. Потери меди при этом будут высокие. Поэтому в шлак необходимо добавить флюсы.

4. Расчет количества флюсов.

Шлак №. 2 имеет следующий состав: 34% SiO₂, 46% FeO, 8% CaO. Для получения такого шлака потребуются флюсы: кварц и известняк. В качестве флюсов используется чистый кварц (SiO₂=100%) чистый известняк (CaO=56%).

Приняв количество кварца X, а количество известняка Y, получим, что необходимое количество шлака равно:

$$71.63 + X + 0.56 \cdot Y$$

Составив два уравнения:

$$\text{по SiO}_2 \quad 13.83 + X = 0.34 \cdot (71.63 + X + 0.56 \cdot Y),$$

$$\text{по CaO} \quad 1.3 + 0.56 \cdot Y = 0.08 \cdot (71.63 + X + 0.56 \cdot Y),$$

находим: X = 19.27 г SiO₂; Y = 11.57 г CaO.

Состав шихты для плавки:

Огарок - 100.0

Конвертерный шлак - 30.1

Кварц - 19.3

Известняк - 11.0 Итого: 161.0

РАСЧЕТ ШИХТЫ ПРИ КОНВЕРТИРОВАНИИ МЕДНЫХ ШТЕЙНОВ

Исходные данные: конвертированию подвергается штейн следующего состава: 50% Cu, 23% Fe и 25 % S. Навеска штейна - 30 г. Кварцевый флюс содержит 96% SiO₂. Необходимо получить конвертерный шлак, содержащий 52% Fe, 26% SiO₂.

Расчет.

1. Определение потребного количества кварцевого флюса.

а. Вес шлака.

Примем, что при конвертировании практически все железо штейна переходит в конвертерный шлак, тогда:

вес шлака

$$(30 \cdot 0.23) \div 0,52 = 13.3 \text{ г.}$$

б. Количество SiO₂.

Количество SiO₂ в конвертерном шлаке, которое должно быть введено с кварцевым флюсом:

$$13.8 \cdot 0.26 = 3,5 \text{ г SiO}_2.$$

При использовании кварца, содержащего 96% SiO₂, количество кварцевого флюса:

$$3.5 \div 0,96 = 3.6 \text{ г SiO}_2.$$

2. Определение необходимого количества воздуха при конвертировании.

При конвертировании в результате взаимодействия вдуваемого кислорода с составляющими штейна вся сера из него переходит в конвертерные газы в виде SO₂, а все железо - в конвертерный шлак в виде FeO.

а. Теоретически необходимое количество кислорода для окисления серы до SO₂:

$$(30 \cdot 0,25 \cdot 32) \div 32 = 7,5 \text{ г O}_2;$$

для окисления железа до FeO:

$$(30 \cdot 0.23 \cdot 16) \div 56 = 2.0 \text{ г O}_2.$$

Всего:

$$7.5 + 2 = 9.5 \text{ г.}$$

б. Теоретически необходимое количество воздуха:

$$\text{по весу: } 9.5 \div 0.23 = 41,3 \text{ г;}$$

$$\text{по объему: } 41.3 \div 1.293 = 31.9 \text{ л.}$$

в. Необходимое количество воздуха:

Примем потери воздуха при продувке равными 40 %; тогда необходимое количество воздуха равно:

$$31.9 \cdot 1.4 = 44.7 \text{ л.}$$

Такое количество воздуха должно быть продуту через расплав в

течение 30 мин; скорость подачи воздуха должна быть 89.4 л/ч. За это время будет закончен процесс получения черновой меди.

РЯД НАПРЯЖЕНИЙ МЕТАЛЛОВ.

Металлы	Катионы в растворе	E, В	Металлы	Катионы в растворе	E, В
Литий	Li^+	-3.01	Кобальт	Co^{2+}	-0.277
Калий	K^+	-2.02	Никель	Ni^{2+}	-0.250
Барий	Ba^{2+}	-2.90	Свинец	Pb^{2+}	-0.126
Кальций	Ca^{2+}	-2.87	Олово	Sn^{2+}	-0.136
Натрий	Na^+	-2.71	Водород	H^+	-0.00
Магний	Mg^{2+}	-2.37	Сурьма	Sb^+	+0.20
Алюминий	Al^{3+}	-1.66	Висмут	Bi^{3+}	+0.20
Титан	Ti^{4+}	-1.60	Мышьяк	As^{3+}	+0.30
Цинк	Zn^{2+}	-0.76	Медь	Cu^{2+}	+0.337
Железо	Fe^{2+}	-0.44	Ртуть	Hg^{2+}	+0.789
Кадмий	Cd^{2+}	-0.4	Серебро	Ag^+	+0.799
Таллий	Tl^+	-0.34	Золото	Au^+	+1.68

СОДЕРЖАНИЕ

	стр.
Введение	3
Инструкция по технике безопасности для студентов, выполняющих лабораторные работы.....	4
Лабораторная работа №1. Плавка медных концентратов на штейн....	5
Лабораторная работа №2. Конвертирование медных штейнов.....	10
Лабораторная работа №3. Электролитическое рафинирование меди..	15
Лабораторная работа №4. Окислительный обжиг сульфидных концентратов.....	22
Лабораторная работа №5. Серноокислотное выщелачивание меди из окисленного медного концентрата.....	25
Лабораторная работа №6. Осаждение меди из раствора сульфата меди электролизом.....	28
Лабораторная работа №7. Изучение отстаивания твёрдых частиц в жидкости.....	32
Лабораторная работа №8. Автогенный обжиг сульфидных цинковых концентратов.....	34
Приложение 1. Расчет шихты для плавки медных концентратов.....	36
Приложение 2. Расчет шихты при конвертировании медных штейнов.....	42
Приложение 3. Ряд напряжений металлов.....	44