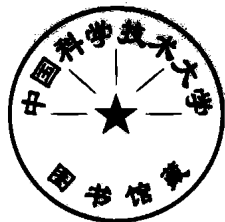


高等学校交流讲义說明

高等学校交流讲义,是各校比較成熟的自編讲义,主要在供教学参考,以提高講課、实验和实习的質量。它的出版过程,是各校向高等教育部推荐編寫得較好的讲义,交有关出版社出版,新华书店内部發行。交流讲义的内容,因限于編者的水平和出版社的編輯力量,可能还在某些缺点或錯誤。为了进一步提高讲义的質量,从而遴选其中比较优秀的作为試用教科書或教学参考書出版,欢迎使用讲义的学校和老师多多提出补充修正的意見(按讲义内讀者意見表填寫),直接寄給出版社,以备修訂时参考。

中華人民共和國高等教育部



本書系根据莫斯科加里寧有色金屬及金礦学院冶金系副教授瓦紐科夫 (А. В. Ваяков) 1954 年重編的“銅鎳冶金課程實驗指南”(Руководство к лабораторным работам по курсу “Металлургия меди и никеля”) 譯出。为了簡單起見，譯者將這書書名簡譯为“銅鎳冶金實驗”。

在編寫本書時，著者對每個實驗所根据的原理、實驗的目的、實驗設備的構造和使用、實驗進行的方法、冶金計算的方法以及編寫實驗報告應包括的內容都作了簡明而有系統的論述，並在每個實驗之末附有參考書目，便於學生溫習和教師查閱。本書除供高等工業學校有色冶煉專業作為實驗課的教材以外，中等專業學校也可參考採用，並且對於冶煉廠實驗室的工作人員以及科學研究工作人員也有參考的價值。

本書由中南礦冶學院傅崇說翻譯。

原 序

富有歷史意义的苏联共产党第十九次代表大会关于發展苏联的第五个五年計劃(1951—1955 年)的決議，拟定了繼續發展有色冶金的宏寬道路。有色重金屬的生產应按下列規模增加：精銅增長 90%，鎳增長 53%，鉛增長 1.7 倍，鋅增長 1.5 倍。由于这个緣故，有色金屬冶煉專家的培养質量应不断地改進。

实验課的主要目的在于帮助学生更深入而牢固地掌握他們已学过的銅鎳冶金課程。但实验課的功能并不限于此。在進行实验工作时，学生能学到進行科学研究工作的技能。

本版“銅鎳冶金实验”与上版有很大的区别。本版加多了四个規定包括在实验課中的新实验。这就是下面四个实验：“銅的电解精煉”，“銅从硫酸銅溶液中的电積”，“用浮选法分出銅和鎳”以及“鎳的电解精煉”。

全部实验包括了銅鎳冶金課程的主要章節，从礦石和精礦的处理开始到煉得純金屬为止。

所有各实验中概述所研究各过程的理論实質部分，都已重新編寫过。

在各个实验中增补了必要而簡明的冶金計算方法。这是由于冶金計算通常是在學習实验課之后再學習的。因此，在实验課中，学生当進行冶金計算时便遇到很大的困难。

在本書新版中，增加了相当数量的插圖。那些由于实验研究技術上的新設施而不合时代要求的插圖均已重新更換。

A. B. 瓦紐科夫

目 錄

原 序

实验 1.	硫化銅精礦的氧化焙燒	5
实验 2.	銅精礦的熔煉成冰銅	13
实验 3.	冰銅的吹煉	25
实验 4.	銅的电解精煉	33
实验 5.	銅从硫酸銅溶液中的电積	42
实验 6.	联合水浮法处理氧化銅礦和混合銅礦	46
实验 7.	氧化鎳礦的燒結	54
实验 8.	氧化鎳礦熔煉成鎳錠	61
实验 9.	用浮选法分出銅和鎳	70
实验 10.	鎳的电解精煉	72
附 錄		79

高等学校交流讲义說明

高等学校交流讲义,是各校比較成熟的自編讲义,主要在供教学参考,以提高講課、实验和实习的質量。它的出版过程,是各校向高等教育部推荐編寫得較好的讲义,交有关出版社出版,新華書店内部發行。交流讲义的内容,因限於編者的水平和出版社的編輯力量,可能还在某些缺点或錯誤。为了进一步提高讲义的質量,从而遴选其中比较优秀的作为試用教科書或教学参考書出版,欢迎使用讲义的学校和老师多多提出补充修正的意見(按讲义内讀者意見表填寫),直接寄給出版社,以备修訂时参考。

中華人民共和國高等教育部

本書系根据莫斯科加里寧有色金屬及金礦学院冶金系副教授瓦紐科夫 (А. В. Ваяков) 1954 年重編的“銅鎳冶金課程實驗指南”(Руководство к лабораторным работам по курсу “Металлургия меди и никеля”) 譯出。为了簡單起見，譯者將這書書名簡譯为“銅鎳冶金實驗”。

在編寫本書時，著者對每個實驗所根据的原理、實驗的目的、實驗設備的構造和使用、實驗進行的方法、冶金計算的方法以及編寫實驗報告應包括的內容都作了簡明而有系統的論述，並在每個實驗之末附有參考書目，便於學生溫習和教師查閱。本書除供高等工業學校有色冶煉專業作為實驗課的教材以外，中等專業學校也可參考採用，並且對於冶煉廠實驗室的工作人員以及科學研究工作人員也有參考的價值。

本書由中南礦冶學院傅崇說翻譯。

目 錄

原 序

实验 1.	硫化銅精礦的氧化焙燒	5
实验 2.	銅精礦的熔煉成冰銅	13
实验 3.	冰銅的吹煉	25
实验 4.	銅的电解精煉	33
实验 5.	銅从硫酸銅溶液中的电積	42
实验 6.	联合水浮法处理氧化銅礦和混合銅礦	46
实验 7.	氧化鎳礦的燒結	54
实验 8.	氧化鎳礦熔煉成鎳錠	61
实验 9.	用浮选法分出銅和鎳	70
实验 10.	鎳的电解精煉	72
附 錄		79

原 序

富有歷史意义的苏联共产党第十九次代表大会关于發展苏联的第五个五年計劃(1951—1955 年)的決議，拟定了繼續發展有色冶金的宏寬道路。有色重金屬的生產应按下列規模增加：精銅增長 90%，鎳增長 53%，鉛增長 1.7 倍，鋅增長 1.5 倍。由于这个緣故，有色金屬冶煉專家的培养質量应不断地改進。

实验課的主要目的在于帮助学生更深入而牢固地掌握他們已学过的銅鎳冶金課程。但实验課的功能并不限于此。在進行实验工作时，学生能学到進行科学研究工作的技能。

本版“銅鎳冶金实验”与上版有很大的区别。本版加多了四个規定包括在实验課中的新实验。这就是下面四个实验：“銅的电解精煉”，“銅从硫酸銅溶液中的电積”，“用浮选法分出銅和鎳”以及“鎳的电解精煉”。

全部实验包括了銅鎳冶金課程的主要章節，从礦石和精礦的处理开始到煉得純金屬为止。

所有各实验中概述所研究各过程的理論实質部分，都已重新編寫过。

在各个实验中增补了必要而簡明的冶金計算方法。这是由于冶金計算通常是在學習实验課之后再學習的。因此，在实验課中，学生当進行冶金計算时便遇到很大的困难。

在本書新版中，增加了相当数量的插图。那些由于实验研究技術上的新設施而不合时代要求的插图均已重新更換。

A. B. 瓦紐科夫

實驗 1. 硫化銅精礦的氧化焙燒

進行焙燒的目的，是使精礦在下一步火冶或濕冶之前作好準備。

在銅冶金中，以獲得粉末狀焙燒精礦（焙砂）的氧化焙燒用途最大。

硫化銅精礦氧化焙燒的目的，在於使硫部分地除去並使鐵的硫化物轉變為下一步熔煉時造渣的氧化物形態。由於企圖在熔煉時獲得品位較高的冰銅，因而有必要使鐵的硫化物氧化及有必要使部分的硫在焙燒時除去。

因為焙砂系用來煉成冰銅，所以“死燒”在火法煉銅中不被採用。焙砂中經常有一定數量的硫留下，這個數量由冶金計算確定之。在焙燒過程中燒去而用占原料中總硫量百分數表示的硫量，稱為脫硫率。

焙燒所表現的作用可用下列實例來說明。

如果是用未經預先焙燒的含 10.29 % Cu、35.5 % Fe 及 43.27 % S 的生精礦進行熔煉，則得到含銅約 13 % 的冰銅。煉得這種低品位的冰銅，在經濟上是不利的而且在技術上也是不適當的。為了獲得品位更高的冰銅，精礦就須經過焙燒。

我們現在來計算煉得含銅 30 % 的冰銅在焙燒時所必需的脫硫率。

根據實際數據，設熔煉時銅入冰銅的收回率為 97 %，熔煉時的脫硫率為 23 %，冰銅中的含硫率為 25 %。銅在焙燒時的損失不考慮。計算根據 100 公斤生精礦進行。

当熔煉焙砂时,应得到冰銅

$$\frac{10.29 \times 0.97}{0.30} = 33.3 \text{ 公斤。}$$

冰銅中的硫量为:

$$33.3 \times 0.25 = 8.3 \text{ 公斤。}$$

若考慮到熔煉时的脫硫率,則焙砂中必須留下硫

$$8.3:0.77 = 10.8 \text{ 公斤。}$$

因此,焙燒时必須保證脫硫率在

$$\frac{43.27 - 10.8}{43.27} \times 100 = 75\%。$$

如果把焙砂的出產率算做占精礦重量的 80%, 則求出焙砂的含硫率为:

$$\frac{10.8}{80} \times 100 = 13.5\%。$$

改变焙燒时的脫硫率,可以調整冰銅的成分。

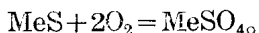
在焙燒过程中,除了硫磺以外,还有某些其它的元素——砷、銻、硒等進入气相而除去。

焙燒的速度以及焙燒过程的其它各項指标与精礦的礦物組成、精礦的粒度、焙燒的温度及時間、進入爐內的过量空气量、耙动强度等等有关。

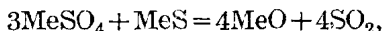
銅精礦中含有各种金屬(銅、鉄、鋅,有时鉛、砷、銻等等)的硫化物。每种硫化物具有特殊的化学性質和物理性質,特別是具有一定的着火温度及一定的氧化反应热效应(見附錄 3)。所謂着火温度就是这个温度,当达到此温度时,硫化物的氧化作用進行得如此強烈,以致放出的热足够使氧化过程在物料整体內自發地擴展起來。

視温度的不同为轉移,硫化物可按不同的反应發生氧化。硫化物氧化的最后結果决定于焙燒过程的進行条件。

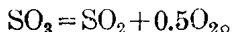
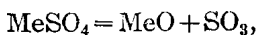
在較低的溫度下(低於 600°), 硫化物可以氧化成硫酸鹽:



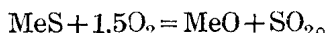
与此同时, 当溫度升高时, 硫酸鹽与未氧化的硫化物之間, 也会發生強烈的交互反应:



并發生原生硫酸鹽的热离解作用:

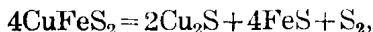
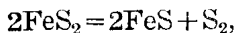


在銅精礦的焙燒溫度($700-800^{\circ}$)下, 硫化物的氧化作用基本上是進行至氧化物状态:



銅精礦在 $700-800^{\circ}$ 的溫度及有大量过剩空气的条件下進行氧化焙燒, 是不利于形成硫酸鹽的。在焙砂中, 硫酸鹽存在的数量不多。

物料在焙燒时的物理化学变化, 除了硫化物靠气相的氧化作用以外, 还有与各种高温化合物間作用有关的变化以及固体物質之間的交互的化学作用。例如, 高价硫化物在受热时發生分解而形成低价硫化物, 并析出元素状态的硫:



在爐料層中有硫化物与氧化物之間、不同的金屬氧化物之間以及金屬氧化物与非金屬氧化物之間的交互作用發生, 形成亞鉄酸鹽、矽酸鹽以及其它化合物。

在火法煉銅中, 氧化焙燒進行的条件決定于下列各項考慮。焙燒过程可能的最低溫度乃是硫化物的着火溫度。但在此溫度下進行焙燒是不適宜的, 因为过程進行的速度將很小。为了加強过程,

也就是为了使过程進行具有最大的速度，便必須力求保持尽可能較高的溫度。進行焙燒过程时可能的最高溫度決定于精礦中最易熔的組成物的熔化溫度。如果溫度提得过高，那末焙砂就有燒結的危險。通常，精礦中最易熔的組成物乃是硫化物。从而为了要尽可能在較高溫度下進行作業并同时避免燒結，必須使溫度逐漸提高及在爐料中加入次一步熔煉焙砂所需要的難熔熔劑。熔劑能使易熔硫化物分離及防止其燒結。

在工厂条件下，焙燒系在多床机械爐中進行。如果爐料中含硫在 23% 以上，焙燒無須加补充燃料即可進行。焙燒所需全部的热系來自硫化物氧化的放热反应。

在焙燒过程中，除了燒掉过量的硫以外，还可使爐料达到良好的混合及使其加热至 $500-600^{\circ}$ ，这对以后反射爐熔煉的生產率會發生良好的影响。

气相的成分对焙燒过程發生重大的影响。为了使硫化物氧化过程加速，宜供給爐內以过量的空气。焙燒爐气經常利用來制造硫酸。因此，过量空气要加以計算，使得离爐气体中 SO_2 的含量在 5—6%。

实 驗 的 進 行

如果是几个学生同时進行实验，那末他們每一个人用不同的条件進行精礦的焙燒(在不同的溫度、不同的延續時間、不同的耙动強度下進行实验)。然后，他們一塊兒來研究某个因素对精礦焙燒过程的影响(溫度的影响、延續時間的影响等等)。彼此把所得到的結果進行比較并作出共同的結論。

取 100—200 克銅精礦進行焙燒。將精礦置于耐火盤或不銹鋼盤中。把盛有精礦的盤小心地放進已預先加热至必要溫度的电热馬弗爐中去。若是用耐火盤進行焙燒，則必須把它逐漸地(經 2—3

分鐘)放入爐中,以免盤开裂。

焙燒系在 $700-800^{\circ}$ 溫度下進行。焙燒期間的溫度用熱電偶來測量。焙燒的時間及溫度由教師指定之。

在進行焙燒時,馬弗爐的爐門系打開的,以便空氣自由通入爐內,并同时用鐵耙翻動精礦。翻動應小心地進行,不要讓物料四散及讓焙砂粘附着盤壁及盤底。圖 1 所示為進行焙燒用的設備。

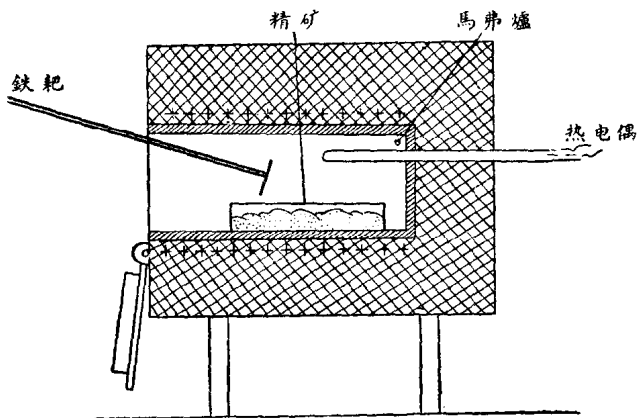


圖 1. 進行焙燒用的設備。

在焙燒過程中,可明顯地看到有兩類反應進行。當精礦受熱時,在其仍然為暗色的表面的上方有藍色小火光出現。這說明高價硫化物離解時析出元素硫的蒸氣。然後發生硫化物的着火及其強烈的氧化作用。爐料的表面乃變紅,爐料溫度逐漸升高並變得高過爐溫,這說明硫化物氧化反應的放熱性質。接近焙燒過程終點時,爐料表面開始變暗,這說明大部分的硫已經燒掉。

當焙燒終了以後,小心地將盤從爐中取出,並讓焙砂冷下來。將冷焙砂過稱,並確定其中硫的總含量及用定性方法檢查硫酸鹽形態的硫的存在。

根據所得數據,計算焙砂的出產率、焙砂的元素成分、焙燒時的脫硫率以及焙砂熔煉時可產出的冰銅的含銅率。

确定焙砂含硫率的方法

确定焙砂的含硫率，系用快速分析法來進行。从冷的焙砂中取平均試样 2—3 克，并把它置于研钵中研細。將称好了的 0.25—0.5 克細粉平均試样置于燒船內，并把它放進管狀电爐，在空气气流(或氧气气流)中及 1000—1050° 的温度下燃燒 15 分鐘。空气用水流抽气泵吸進，速度为 1—1.5 升/分鐘。吸進的空气量系根据流量計的指示加以調節。經爐吸進的空气应是干燥的，并不含有实验室气氛中夾雜着的酸。为此，空气須經過淨化。圖 2 所示为用于确定焙砂含硫率的設備的一般外貌。

当称好了的焙砂置于空气气流中时，硫酸鹽便分解，而所有硫化物的硫則氧化成 SO_2 。此时形成的气体乃与过量的空气一道依次通过两个吸收瓶，每个吸收瓶內各盛有 0.5% 的过氧化氢溶液 100 毫升。二氧化硫遂被过氧化氢氧化成三氧化硫并与水組成硫酸。將两个吸收瓶內的溶液倒入一个燒瓶中，并用 0.1N 或 0.5N 的苛性鈉或苛性鉀溶液在有甲基紅加入的条件下進行滴定。

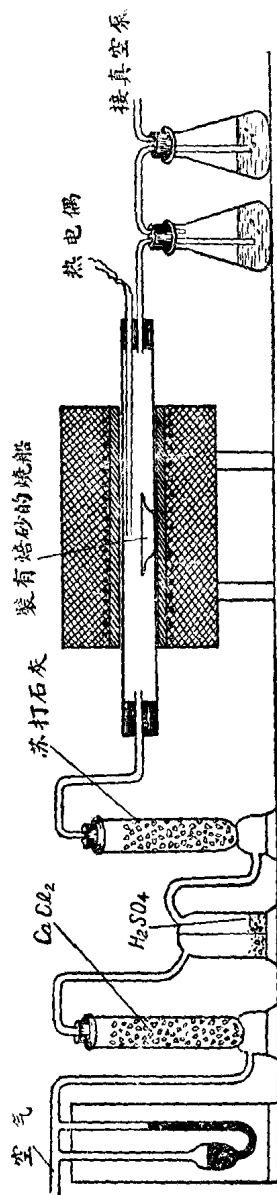


圖 2. 用于确定焙砂含硫率的設備。

測定焙砂中含硫率的操作程序如下：

1. 將秤好的焙砂試樣置于磁燒船中。

2. 吸收瓶內注入过氧化氫溶液。接入水流抽氣泵并調整好吸經爐子的必要量的空氣。

3. 一面不停止吸氣，一面從與裝着过氧化氫的吸收瓶相對的一端將塞打開，謹慎地向爐中推入裝有焙砂試樣的燒船。記下時間，將塞塞好。

4. 經 15 分鐘後，停止水流抽氣泵的吸氣，將吸收瓶中的溶液傾入燒瓶，加入甲基紅用鹼液滴定。

焙砂的含硫率按下列公式計算之：

$$\%S = \frac{T_s \cdot v}{a} \times 100.$$

式中： a —焙砂試料的克數，

v —用于滴定的鹼溶液的體積，毫升，

T_s —鹼對硫的滴定度。

對 $0.1N$ 的鹼溶液而言， $T_s = 0.0016$ 克/毫升，對 $0.05N$ 的溶液來說，則 $T_s = 0.0008$ 克/毫升。用定性的方法確定焙砂中硫酸鹽形態的硫的存在系按下法進行。將少許的焙砂置于試管中用蒸餾水處理。濾去沉淀物。在濾液中加入必要數量的 $0.1N$ 氯化鋇溶液。白色沉淀物的形成即表示有硫酸鹽形態的硫存在。

必要的計算

設經焙燒處理的精礦具有下列成分：10.29% Cu；35.5% Fe；2.14% Zn；43.27% S；4.66% SiO_2 ；1.0% CaO；2.35% Al_2O_3 。焙燒的結果，200 克精礦產出含 13.5% S 的焙砂 160 克。

1) 焙砂的出產率：

$$\frac{160}{200} \times 100 = 80\%;$$

2) 焙燒時的脫硫率:

$$\frac{200 \times 0.4327 - 160 \times 0.135}{200 \times 0.4327} \times 100 = 75\%;$$

3) 焙砂的元素組成:

焙砂元素組成的計算, 系根據精礦中所含及在焙燒時未除去
的各元素乃完全進入焙砂的事實。在焙燒時, 因為有一部分的硫
除去, 故焙砂含硫率系按上述方法確定。

$$\% \text{Cu} = \frac{0.1029 \times 200}{160} \times 100 = 12.86\%;$$

$$\% \text{Fe} = \frac{0.355 \times 200}{160} \times 100 = 44.40\%;$$

$$\% \text{Zn} = \frac{0.0214 \times 200}{160} \times 100 = 2.68\%;$$

$$\% \text{SiO}_2 = \frac{0.0466 \times 200}{160} \times 100 = 5.83\%;$$

$$\% \text{CaO} = \frac{0.01 \times 200}{160} \times 100 = 1.25\%;$$

$$\% \text{Al}_2\text{O}_3 = \frac{0.0235 \times 200}{160} \times 100 = 2.94\%。$$

焙砂的成分如下:

Cu—12.86%

Fe—44.40%

Zn— 2.68%

S—13.50%

SiO₂— 5.83%

CaO— 1.25%

Al₂O₃— 2.94%

共計 83.46% 剩餘湊成 100% 的成分為氧及其它。

4) 焙砂熔煉時產出的冰銅的含銅率: