高等学校教材

有色冶金实验

赵延昌 主编

NEUPRESS
东北大学出版社

ISBN 7-81006-655-2/TG · 14 定价:7.87元

高 等 学 校 教 材

有色冶金实验

赵延昌 **主编**

东北大学出版社

（辽）新登字第 8 号

内 容 提 要

本书共 49 个实验，包括分属有色轻、重、稀、贵金属及稀土的部分实验内容，并选编了 22 种实验中常用的数据表。

本书除可作为高等学校的有色冶金专业的教材外，还可作为有关科技人员参考。

高等学校教材
有色冶金实验
赵延昌 主编

东北大学出版社出版
（沈阳·南湖）
辽宁省新华书店发行
辽宁教育学院印刷厂印刷

开本：787×1092 1/16　印张：16.25　字数：405 千字
1993 年 9 月第 1 版　1993 年 9 月第 1 次印刷
印数：1～1500 册

责任编辑：孙铁军　责任校对：冯 伟
封面设计：唐敏智　责任出版：杨华宁

ISBN 7-81006-655-2/TG·14　定价：7.87 元

前　言

《有色冶金实验》是根据1991－1995年冶金、有色高等院校本科教材出版规划编写的。全书共49个实验，涉及有色轻金属、重金属、稀有金属、稀土元素、贵金属的有关实验内容，其方法有火法、湿法、萃取、熔渣性质等实验或测定。每个实验均有关于基本原理、实验仪器及实验装置、实验步骤等的论述和介绍，并有思考题。书后附录包括部分常用数据和主要参考文献。

本书由中南工业大学苏鹏搏（实验1～3，13，15，19，36～42，44，45）、昆明工学院陈枫（实验5，6，11，12，16，20，34，35，43，46～49）、东北大学李源（实验21～33）、东北大学赵延昌（实验4，7～10，14，17，18）编写。全书由赵延昌统稿并任主编。

该书曾请南方冶金学院郭邻生、沈阳黄金学院杨立、东北大学张曰强、魏绪钧审阅，并提出了许多宝贵意见，编者表示衷心感谢。

由于编者水平所限，难免存在不少缺点和错误，诚恳希望读者批评指正。

编　者

1993.3

需要全本请访问 www.ertongbook.com

目　录

1　硫化锌精矿氧化过程动力学 …… (1)
2　流态化冷模试验 …… (6)
3　硫化锌精矿的沸腾焙烧 …… (10)
4　复杂硫化矿回转窑低温氯化焙烧 …… (14)
5　粗铅精炼除铜 …… (19)
6　氧化锌的还原蒸馏 …… (23)
7　炉渣熔点的测定 …… (27)
8　炉渣粘度的测定 …… (31)
9　炉渣电导的测定 …… (38)
10　炉渣熔体表面张力和密度的测定 …… (45)
11　硫化铜精矿的造锍熔炼 …… (50)
12　方铅矿的三氯化铁浸出 …… (55)
13　锌焙砂的浸出过程 …… (59)
14　铜离析矿高压氨浸 …… (63)
15　锌的电积过程 …… (68)
16　铜电解精炼 …… (72)
17　电位扫描法测镍阳极极化曲线 …… (76)
18　用硫和二氧化硫从镍－钴－铜硫酸盐溶液中除铜 …… (80)
19　铁－水系电位（φ）－pH 图测定 …… (84)
20　N235 萃取分离镍和钴 …… (90)
21　铝土矿苏打石灰炉料的烧结过程 …… (94)
22　铝土矿的高压溶出 …… (99)
23　脱硅时间对脱硅指数的影响 …… (106)
24　碳酸化分解过程中分解率对 $Al(OH)_3$ 中 SiO_2 含量的影响 …… (110)
25　用差热分析方法测定氢氧化铝脱水曲线 …… (115)

26 铝熔盐电解中反电动势的测定……（119）
27 冰晶石—氧化铝熔盐电解中临界电流密度的测定……（124）
28 三层液法铝电解精炼……（128）
29 晶体光学分析法测定铝电解质摩尔比……（133）
30 热失重法测定炭阳极的氧化速率……（143）
31 水氯镁石沸腾脱水……（148）
32 氯化镁电解过程中氯气泡的行为及对电解质循环的影响……（152）
33 硅热法炼镁……（157）
34 P204 萃取分组分离稀土元素 ……（163）
35 黑钨精矿的常压碱分解……（168）
36 用氢还原钨的化合物制取钨粉……（172）
37 高钛渣（或金红石）的氯化……（177）
38 钨精矿的碱法热球磨分解……（181）
39 萃取分离钨和钼……（184）
40 离子交换法分离镨和钕……（188）
41 熔盐电解法制取钕铁……（191）
42 碳热还原制取金属铌……（195）
43 离子交换法制取仲钨酸铵……（200）
44 稀土萃取分离多级模拟实验……（205）
45 镧（La）还原三氧化二钐（Sm_2O_3）制取金属钐（Sm） ……（209）
46 铅锡合金（焊锡）的真空蒸馏分离……（213）
47 锡精矿还原熔炼……（217）
48 火试金法……（221）
49 贵铅灰吹……（226）
附 录 供实验选用与参照的一些条件与数据……（230）

1　硫化锌精矿氧化过程动力学

1.1　目　　的

（1）采用固定床进行硫化锌精矿氧化焙烧，分析各段时间硫的产出率，来测定氧化速度与时间的关系曲线；

（2）学会氧化动力学的研究方法；

（3）了解硫化锌精矿氧化过程机理；

（4）学会硫的分析方法。

1.2　原　　理

在冶炼过程中，为了得到所要求的化学组分，硫化锌精矿必须进行焙烧。硫化锌的氧化是焙烧过程最主要的反应：

$$ZnS + \frac{3}{2}O_2 = ZnO + SO_2$$

反应过程的机理：

$$ZnS + \frac{1}{2}O_2(气) \rightarrow ZnS\cdots[O]_{吸着} \rightarrow ZnO + [S]_{吸着}$$

$$ZnO + [S]_{吸着} + O_2 \rightarrow ZnO + SO_{2解吸}$$

这个反应是有气相与固相反应物和生成物的多相反应，包括向反应界面和从反应界面的传热与传质过程。在硫化锌颗粒开始氧化的初期，化学反应速度本身控制着焙烧反应速度，但当反应进行到某种程度时，颗粒表面便为氧化生成物所覆盖，参与反应的氧通过这一氧化物层向反应界面的扩散速度，或反应生成物 SO_2 通过扩散从反应界面离去的速度等，便成为总氧化速度的控制步骤。

因此，可以认为反应按如下步骤进行：

（1）氧通过颗粒周围的气体膜向其表面扩散；

（2）氧通过颗粒表面氧化生成物向反应界面扩散；

（3）在反应界面上进行化学反应；

（4）反应生成的气体 SO_2 向着同氧相反的方向扩散。即反应从颗粒表面向其中心部位逐层进行。硫化物颗粒及其附近气体成分的浓度可用未反应核模型表示，见图 1-1。

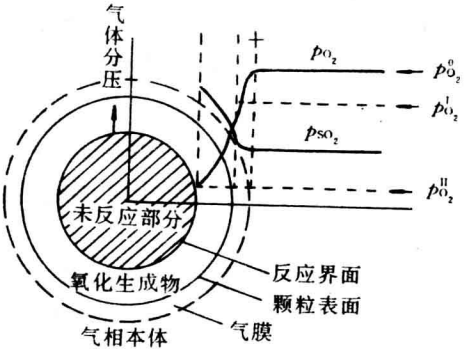


图 1-1　硫化矿的氧化焙烧反应模型

因此，为了提高硫化物的氧化反应速度，可提高气相中氧的分压 p_{O_2}，氧和二氧化硫的扩散速度；减小矿石

粒度增大反应面积和减小氧化层的厚度。而工业上为了强化焙烧的氧化过程，就是用提高温度，增大气流速度与氧的浓度、提高矿石的细磨度来达到的。

本实验采用固定床进行氧化焙烧，来测定硫化锌精矿的氧化速度，分析氧化过程中某一时刻（如 5min）产生的 SO_2 的气体量，经计算可得到 ZnS 精矿氧化时硫的产出速度，即单位时间硫的转化率。

为了便于比较不同硫化物或不同条件下硫化物的氧化速度，引入以下公式：

$$R_S = \frac{S_i}{S_{总}}$$

式中 R_S ——精矿中硫的氧化分数；

S_i —— ZnS 精矿氧化过程中某一时间内失去的硫量/g；

$S_{总}$—— ZnS 精矿中的总含硫量/g。

用氧化分数与时间关系作图，可比较不同氧化温度、不同矿石粒度、不同气相组成等对 ZnS 精矿氧化过程的影响。

实验在管状炉中进行，硫化锌精矿在低于熔点的某一温度下，通空气进行氧化焙烧；用过氧化氢吸收生成的 SO_2 气体，氧化生成 H_2SO_4；再用已知浓度标准溶液进行滴定。

1.3 设备及实验装置

（1）设 备

无油空压机 1 台；氮气瓶 1 个；管状电炉 1 台；气体净化、SO_2 吸收装置等 1 套。

（2）实验装置

联接图见图 1－2。

1.4 实验步骤

（1）检查并熟悉电气线路和气路系统；

（2）接通加热电源，调整控温器至实验温度，使管状炉升温；

（3）称取 ZnS 精矿 1g 左右，均匀置于瓷舟中；

（4）配制 SO_2 吸收液：量取过氧化氢 25mL；加入 0.2%的甲基红指示剂 25 mL 和 0.2%亚甲基兰 4～5mL；加蒸馏水稀释至 600mL，溶液呈紫红色；

（5）将吸收液分成 6 份，装入 6 对吸收瓶中，再接入管状炉出气端；

（6）通少量氮气，以赶走气路系统中的空气；

（7）当控温器指示温度达到实验温度时，打开炉塞，将盛有 ZnS 精矿的瓷舟推入电炉的等温区；

（8）塞紧炉塞，并转动三通活塞，使炉气与第一组吸收瓶联通；

（9）关氮气，开空压机，控制一定流量，当第一组吸收瓶开始冒泡时，计时开始；

（10）第一组吸收 5min 后，即转换三通活塞使气体进入第二组吸收瓶，并吸收相同时间，以此类推，直到 30min6 组吸收瓶全部吸收后，关空压机；

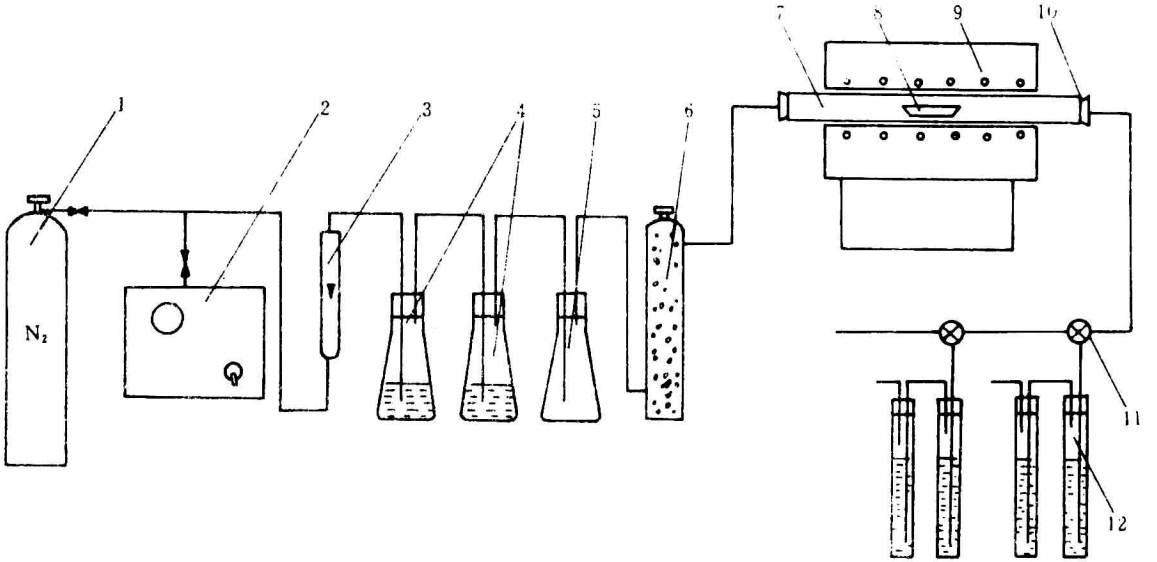


图1-2 硫化锌精矿氧化动力学实验装置

1—氮气瓶；2—空压机；3—流量计；4—净化气体吸收液；5—缓冲瓶；6—干燥塔；7—瓷管；8—瓷舟+试样；9—电炉；10—橡皮塞；11—三通阀；12—吸收瓶

(11) 切断电源，将瓷舟从炉管取出；

(12) 用已知浓度的NaOH 标准溶液分别滴定各组吸收液，滴至亮绿色，并记录NaOH 消耗的毫升数。

1.5 注意事项

注意三通活塞的切换方向。

1.6 记　　录

ZnS 精矿成分%：　　；

ZnS 精矿粒度：　　；

矿样质量/g：　　；

焙烧温度℃：　　；

空气流量 mL/min^{-1}：　　。

组　数	时间/min	滴定消耗 NaOH/mL	S_i	R_S
1				
2				
3				
4				
5				
6				

1.7 数据处理和编写报告

(1) 计算 ZnS 精矿中总含硫量/g；

(2) 计算不同时刻的 S_i 和 R_S：

$$S_i = V \cdot T_S$$

式中　V ——消耗的标准 NaOH 溶淮体积/mL；

T_S —— NaOH 标准溶液对硫的滴定度/g/mL^{-1}。

$$R_S = \frac{S_i}{S_{总}}$$

(3) 绘制 $R_S - t$（时间）关系图；

(4) 根据硫化物氧化过程机理分析 $R_S - t$（时间）曲线。

需要全本请访问 www.ertongbook.com

1.8 思考题

根据硫化矿氧化焙烧反应模型，应采取哪些措施来强化氧化焙烧过程？

1.9 参考文献

〔2〕〔7〕〔55〕。

2 流态化冷模试验

2.1 目　　的

(1) 通过气－固或液－固体系流态化冷模试验，观察流态化过程的现象和特征；

(2) 测定气－固或液－固体系流态化曲线，求所给试料的临界流化速度 u_t 和流化速度 u；

(3) 熟悉冷模试验所用的实验装置和实验操作。

2.2 原　　理

(1) 流态化

使颗粒状物料与向上流动的气体或液体相接触，并在后者的作用下使颗粒悬浮起来，呈现类似于流体的状态，这就是固体的流态化。

流态化技术可用在传质、传热、各种化学反应及粒子输送等多种过程。已广泛应用于化工、冶金等领域。如已有效地用于有色冶金的焙烧、煅烧、浸出、置换等生产过程。

(2) 液态化现象

当一种流体以不同的速度向上通过颗粒床层时，可能出现以下几种情况：

①固定床。当流体的速度低时，流体只是穿过静止颗粒之间的空隙而流动，床层高度不变，随着流速的增加，流体通过床层的摩擦阻力也相应增加。即床层压强降 Δp 随着流速 u 增加而增加，见图 2－1a，2－2A－B 段。

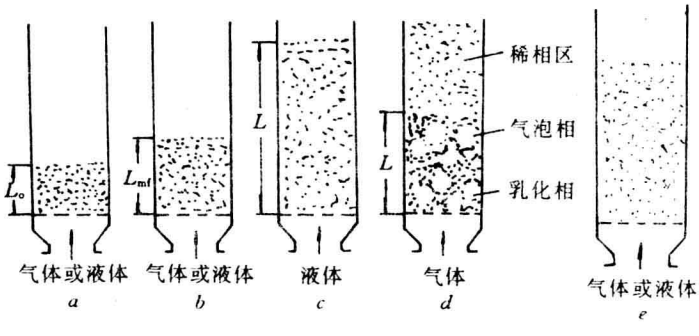


图 2－1　不同流速时床层的变化

a－固定床；b－初始或临界流化床；c－散式流化床；d－聚式流化床；e－输送床

②临界流化状态。当流体的流速增大至一定程度（临界流速 u_t），颗粒开始松动，颗粒位置也在一定的区间内进行调整，床层略有膨胀，但颗粒仍不能自由运动，床层压强降 Δp 恰等于单位床层净重力（$\Delta p=\frac{G}{F}$）时，流体在垂直方向上给予床层的作用力刚好能够把全部床层颗粒托起，见图 2－1b，2－2B。

③流化床。如果流体的速度（$u>u_t$）升高到全部颗粒被悬浮在向上流动的气体或液体中而能随机运动，床层高度随流速提高而升高，颗粒与流体之间的摩擦力恰与其净重力相平衡，床层压强降保持不变（$\Delta p=\frac{G}{F}$）。见图 2－1c，d。

④稀相输送床。当流速升高到某一极限值（带出速度 u_t）后，床层上界面消失，床层空隙率增大，所有颗粒分散悬浮在气流中，被气流带走，见图 2－1*e*。

（3）两种不同形式的流态化

①散式流化床。在液-固体系中，流速增加到临界流态化以上，床层平稳而逐渐膨胀，在正常情况下观察不到大量的鼓泡或不均一性。这样的床层称为散式流化床，均一流化床，平稳流化床或液体流化床。见图 2－1*c*。

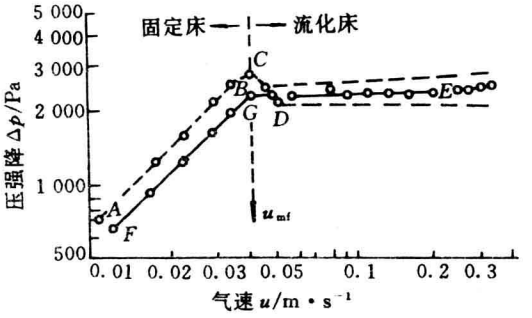


图 2－2　气体流化床的 Δp －u 关系图

②聚式流化床。在气-固体系中，随着流速增加超过临界流态化，就出现很大的不稳定性，发生鼓泡和气体沟流现象，在更高流速下，搅动变得更激烈，而且固体颗粒的运动变得更活跃，由于鼓泡在上界面破裂，上界面上下波动，床层压强降也随之相应的波动，这样的床层称为聚式流化床，非均一流化床，鼓泡流化床或气体流化床。见图 2－1*d*。

2.3　设备及实验装置

（1）设　备

沸腾层反应器、旋风收尘器、布袋收尘器、流量计、压差计等一套。

仪　　器	规　　格	数　　量
无油空压机	（WM－5型）	一台
反 应 器		
旋风收尘器		
布袋收尘器		
流 量 计		
压 差 计		

（2）实验装置

联接图见图 2－4。

2.4　实验步骤

（1）准确测量反应器内径尺寸，以计算床层断面积；

（2）测定空的反应器孔板在不同流速下的孔板阻力，描绘不同流速下的 $\Delta P_{孔}$－u 关系曲线。供计算不同流速下料层压强降时查用；

（3）称量一定质量的试料，投入反应器后，测量其静止时床层高度；

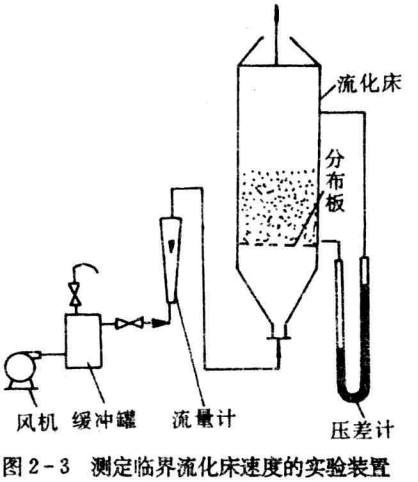


图 2－3　测定临界流化床速度的实验装置

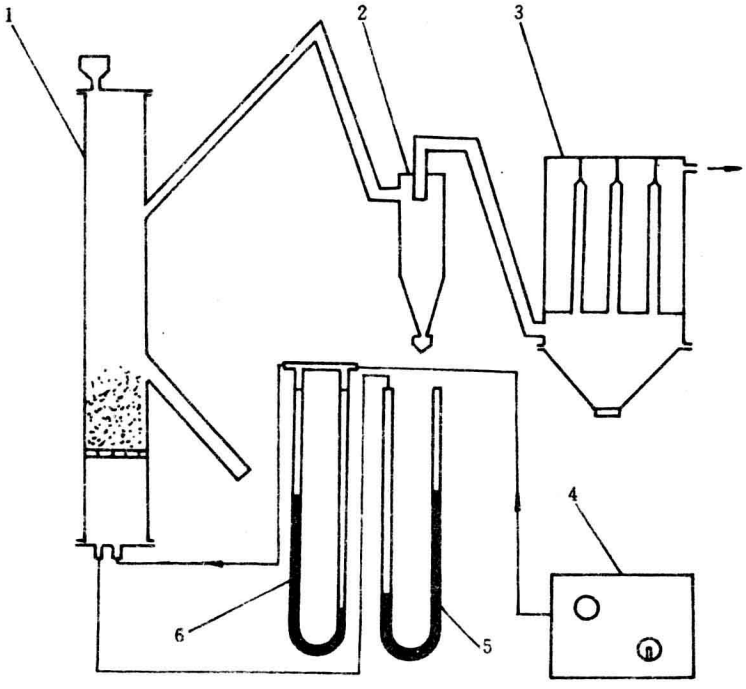


图 2-4 气-固流态冷模试验装置（模拟沸腾焙烧）

1—流态化反应器；2—旋风收尘器；3—布袋收尘器；4—空压机；5—压差计；6—流量计

（4）逐步增大流体流速，同时认真观察不同流速下的流化现象，测量料层高度变化，孔板及料层的总压强降（求出料层压强降）。

2.5 记　　录

试料成分：　　；

粒度：　　；

试料质量：　　。

床层高度（h）	流体流量 Q（L/min）	（u/m·s^{-1}）	$\Delta p_{孔}$/（Pa）	$\Delta p_{总}$（Pa）	$\Delta p_{料}=\Delta p_{总}-\Delta p_{孔}$/（Pa）	流化现象

2.6 数据处理和编写报告

(1) 根据测量得到的流体流量 Q/L·min^{-1}和反应器内径尺寸，求出流体的直线速度 u/m·s^{-1}；

(2) 根据测得的孔板压强降 $\Delta p_{孔}$/Pa 和总压强降 $\Delta p_{总}$/Pa，求出相应的料层压强降 Δp 料/Pa；

(3) 取 $\Delta p_{料}$，u 对数值，作 $\lg\Delta p - \lg u$ 流态化曲线。找出 u_t、u_t；

(4) 根据试验过程中观察到的流态化现象，对流态化曲线进行分析评述。

2.7 思考题

讨论流态化的基本规律及其对生产的指导意义。

2.8 参考文献

〔3〕〔12〕〔13〕。

3 硫化锌精矿的沸腾焙烧

3.1 目　　的

(1) 学会沸腾焙烧实验的操作；
(2) 了解沸腾焙烧对强化生产过程的作用。

3.2 原　　理

火法炼锌和湿法炼锌前都需要进行硫化物的焙烧。氧化焙烧的主要反应为：

$$2ZnS(s) + 3O_2(g) = 2ZnO(s) + 2SO_2(g)$$

该反应是有气相和固相反应物和生成物的多相反应。为了强化反应过程，工业上硫化锌精矿已广泛采用沸腾焙烧。

沸腾焙烧是利用流态化技术的冶金过程，进入沸腾层的精矿粒子被气流强烈搅动在炉内不停地翻动，剧烈的氧化反应放出大量热，维持焙烧所需温度。因此，沸腾焙烧是一种强化生产的过程。它具有气一固间传热和传质速度快，沸腾层内温度均匀，容易控制，炉气成分便于调节，产品质量好，生产率高，便于实现生产的连续化和自动化等一系列优点。

根据硫化锌精矿氧化过程的特点，控制好焙烧条件是非常必要的。硫化锌颗粒被空气中的氧气氧化的过程中，在氧化开始时，氧气与硫化锌接触良好，所以氧化反应迅速进行。但随着氧化的继续进行，颗粒表面生成较厚的氧化锌层和二氧化硫、三氧化硫气膜，这样就妨碍了氧气向硫化锌表面的扩散和二氧化硫、三氧化硫向炉气流的扩散。按反应机理分析影响硫化锌精矿氧化反应速度的主要因素，有温度、气流特性、反应物与生成物的特性等。

硫化锌氧化为氧化锌，从化学反应的控制阶段转变为由扩散控制阶段的温度波动在675～845℃之间。硫化锌精矿的沸腾焙烧温度大都为900～950℃，最高温度在1000℃以上，此时过程受扩散控制，温度已不是影响反应的决定因素。但是，升高温度能加速气体分子的扩散，而且硫化锌的蒸气压也增加，硫化锌在气态下氧化程度也增加，因此高温对提高反应速度是有利的。应该指出，温度过高，炉料表面可能粘结，会阻碍气流扩散，甚至使沸腾层结死。

气流速度的增加，有利于氧化反应的进行。工厂实践已将沸腾层的气流速度由0.4～0.5m·s^{-1}提高到0.7～0.8m·s^{-1}，对高铅易焙精矿，甚至提高到1m·s^{-1}以上。为了保证烟气中二氧化硫浓度不变，应增大加料量，使空气过剩系数不变，但增大气流速度，同时也增大了烟尘率。

精矿粒度越小，扩散过程越容易进行，硫化锌氧化也越完全。但粒度太细，不仅烟尘率大大增加，而且很多细小的硫化锌未来得及氧化就被带到烟尘中，降低烟尘质量。精矿中杂质成分会阻碍氧化反应的进行，一些容易生成低熔物质的杂质，造成炉料粘结或生成炉结，降低硫化锌的氧化速度。

需要全本请访问 www.ertongbook.com