



普通高等教育“十三五”规划教材

PUTONG GAODENG JIAOYU “13·5” GUIHUA JIAOCAI

有色金属冶金学实验教程

李继东 宁 哲 王一雍 编著
李 丹 邵 品 卢艳青



冶金工业出版社

www.cnmp.com.cn



Metallurgical Industry Press

冶金工业出版社



体验更多精彩阅读

尽在冶金工业出版社微信平台

ISBN 978-7-5024-8201-5



9 787502 482015 >

定价18.00元

销售分类建议:冶金工程



普通高等教育“十三五”规划教材

有色金属冶金学实验教程

李继东 宁 哲 王一雍 编著
李 丹 邵 品 卢艳青

冶金工业出版社

2019

内 容 提 要

本书依据有色金属冶金学课程的教学要求,设计汇编了系列教学实验内容,列举了18个经典实验,涵盖了有色金属冶金中的火法冶金实验、湿法冶金实验和电冶金实验三大类别,此外,还介绍了误差与数据处理的方法。

本书为高等学校冶金工程专业教材,也可供冶金及相关专业的工程技术人员学习参考。

图书在版编目(CIP)数据

有色金属冶金学实验教程/李继东等编著. —北京:
冶金工业出版社, 2019. 8

普通高等教育“十三五”规划教材

ISBN 978-7-5024-8201-5

I. ①有… II. ①李… III. ①有色金属冶金—实验—
高等学校—教材 IV. ①TF8-33

中国版本图书馆 CIP 数据核字(2019)第 168994 号

出 版 人 谭学余

地 址 北京市东城区嵩祝院北巷39号 邮编 100009 电话 (010)64027926

网 址 www.cnmp. com. cn 电子信箱 yjcbbs@cnmp. com. cn

责任编辑 高娜 宋良 美术编辑 吕欣童 版式设计 孙跃红

责任校对 卿文春 责任印制 李玉山

ISBN 978-7-5024-8201-5

冶金工业出版社出版发行;各地新华书店经销;三河市双峰印刷装订有限公司印刷
2019年8月第1版,2019年8月第1次印刷

148mm×210mm; 3.875印张; 114千字; 118页

18.00元

冶金工业出版社 投稿电话 (010)64027932 投稿信箱 tougao@cnmp. com. cn

冶金工业出版社营销中心 电话 (010)64044283 传真 (010)64027893

冶金工业出版社天猫旗舰店 yjgycbs. tmall. com

(本书如有印装质量问题,本社营销中心负责退换)

前 言

“有色金属冶金学”是冶金工程专业的一门重要的专业必修课，涉及轻、重、稀等多种有色金属的冶炼原理与工艺流程，具有很强的实际应用性和工艺指导价值。通过相关实验课程的学习，可使学生提高运用所学知识独立分析问题与解决问题的能力，增强与科研实践的动手能力，加强团队协作精神和创新意识。本书系根据“有色金属冶金学”课程的教学要求，结合辽宁科技大学的客观教学实验条件，介绍了火法冶金、湿法冶金和电冶金3大类18个经典教学实验。每个实验均有关于基本原理的论述，详细介绍了实验仪器及装置、实验步骤等方面的内容。既有传统的有色金属冶金的经典实验内容，又适当增加了新型实验设备的介绍及创新型实验的内容，同时在每个实验后面增设了思考题或拓展部分，适当增加理论深度；考虑到实验过程中的实际需要，书中附录介绍了在实验过程中的测量误差与数据处理方法。内容简明扼要，突出实用性，通过具体的教学实验操作过程，使读者加深对有色金属冶炼原理和工艺知识的理解和运用，了解试验研究工作的程序，掌握试验方法和技能，对于提高读者工程实践能力和创新意识，具有重要的现实意义和参考价值。

参加本书编写工作的有辽宁科技大学李继东（实验1~4，实验13~14）、宁哲（实验8~11）、王一雍（实验15~17）、邵品（实验12）、卢艳青（实验18），鞍山技师学院李丹（实验5~7）；全书由李继东统稿并审定。

本书初稿承蒙中国恩菲工程技术有限公司李兵高级工程师、白银有色集团股份公司纪武仁高级工程师审阅，提出了许多宝贵意见；在编写录入过程中，还得到了张朝纲、康红光、张继新的帮助；辽宁科技大学教材出版基金对本书的出版工作提供了资助。在此一并表示衷心的感谢！

由于编者水平所限，书中不妥之处，诚望读者批评指正。

作 者

2019年5月

目 录

实验 1 白云石煅烧实验	1
实验 2 热失重法测定炭阳极的氧化速率	4
实验 3 硅热法炼镁实验	9
实验 4 铅锡合金的真空蒸馏分离	15
实验 5 熔盐电解质初晶温度的测定实验	21
实验 6 熔盐电解质密度的测定实验	25
实验 7 熔盐电解质电导率的测定实验	31
实验 8 方铅矿的三氯化铁浸出实验	38
实验 9 锌焙砂的浸出过程实验	43
实验 10 铝土矿的高压溶出实验	47
实验 11 N_{235} 萃取分离镍和钴实验	54
实验 12 电导率法测定底吹炼铜炉水模型的混匀时间实验	60
实验 13 镁电解过程反电动势的测量实验	68
实验 14 铝电解过程中临界电流密度的测定	74
实验 15 硫酸锌溶液的电解沉积实验	80
实验 16 电位扫描法测镍阳极极化曲线实验	86
实验 17 铜的电解精炼实验	90
实验 18 金属及合金的微弧氧化实验	94
附录 实验误差与数据处理	98
A 实验误差	98
A.1 一些有关的基本概念	98
A.2 误差的分类	99
A.3 偶然误差的正态分布	100
A.4 标准偏差与误差函数	101
A.5 算术平均值与残差	103
A.6 测量结果的置信度	104

A.7 可疑数据的剔除	105
A.8 绝对误差与相对误差	105
B 有效数字和计算规则	106
C 间接测量中的误差	108
D 实验数据处理方法	110
D.1 列表法	111
D.2 图解法	111
D.3 逐差法	114
D.4 最小二乘法	115
参考文献	118

实验 1 白云石煅烧实验

1.1 实验目的

- (1) 掌握煅烧实验方法。
- (2) 了解白云石的热分解过程。
- (3) 了解白云石完全热分解的温度控制条件。

1.2 实验原理

白云石的煅烧温度及煅烧时间是热法炼镁中影响还原过程反应速度及影响镁产品质量的因素之一。以白云石为原料，在煅烧时由于控制的条件不同，在反应过程中会出现不同的反应性。

白云石是 $\text{CaCO}_3 \cdot \text{MgCO}_3$ 的复合物，当加热到某一温度时，白云石中的 CaCO_3 和 MgCO_3 分解为 CaO 和 MgO 。图 1-1 所示为白云石分解曲线。白云石的热分解分为两个阶段：第一阶段为 MgCO_3 的分解，其分解温度为 $734 \sim 736^\circ\text{C}$ ；第二阶段为 CaCO_3 的分解，分解温度为 $904 \sim 906^\circ\text{C}$ 。

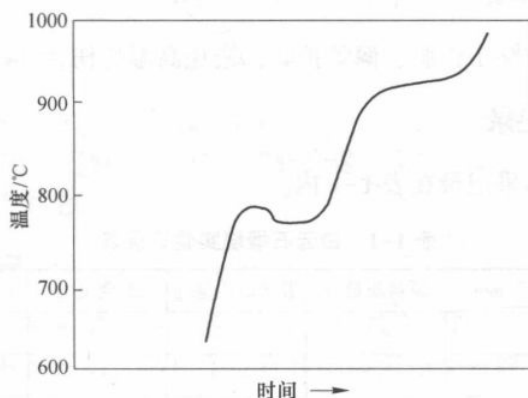


图 1-1 白云石分解曲线

白云石分解过程的反应式如下:



一般温度控制在 1000°C 时, 即可认为 $\text{CaCO}_3 \cdot \text{MgCO}_3$ 完全分解, 并且白云石的活性度可达 35%。根据热分解的条件, 在实验室里可以测出白云石的煅烧程度。

1.3 实验仪器与试剂

- (1) 实验设备: DW-702 控温仪、电阻炉、天平、干燥器。
- (2) 实验试剂: 白云石。

1.4 实验步骤

- (1) 称取一定质量的白云石, 放置在高纯刚玉坩埚内。
- (2) 放入电阻炉中, 并升温控制到设定温度。
- (3) 达到设定温度后恒温一定时间, 取出放置冷却, 待冷却至室温后称产物质量。
- (4) 计算白云石失重率。
- (5) 按上述要求做出不同温度下的煅烧实验。
- (6) 根据实验结果和反应方程式计算白云石分解率。
- (7) 绘出失重量与温度变化的关系曲线图。

1.5 注意事项

取样时应穿工作服、佩戴护具, 避免高温灼伤。

1.6 实验记录

将实验结果记录在表 1-1 内。

表 1-1 白云石煅烧实验记录表

温度/ $^\circ\text{C}$	时间/min	原料质量/g	煅烧后质量/g	失重量/g	白云石分解率/%
500					
600					
700					

续表 1-1

温度/℃	时间/min	原料质量/g	煅烧后质量/g	失重量/g	白云石分解率/%
800					
900					
1000					

1.7 实验数据处理与报告编写

1.7.1 实验数据处理

(1) 失重率:

$$\Delta W_{\text{失重率}} = \frac{W - W_1 - W_0}{W} \times 100\% \quad (1-2)$$

式中 W ——白云石的总质量, g;

W_1 ——某一温度下煅烧后剩余质量, g;

W_0 ——白云石中的杂质含量及附着水质量, g。

(2) 分解率:

$$h_{\text{分解率}} = \frac{W'_{\text{CO}_2}}{W_{\text{CO}_2}} \times 100\% \quad (1-3)$$

式中 W'_{CO_2} ——煅烧过程中失去的 CO_2 质量, g;

W_{CO_2} ——白云石中结合的 CO_2 质量, g。

1.7.2 编写报告

实验报告内容应包括实验名称、日期、目的, 基本原理简述, 实验仪器和药剂, 煅烧技术条件, 实验步骤, 实验记录, 数据处理, 实验结果, 分析讨论。

1.8 思考题

(1) 在热分解过程中, 哪一段温度区域失重量大, 为什么?

(2) 热法炼镁时, 煅烧温度在什么范围内比较好, 受哪些因素限制?

实验 2 热失重法测定炭阳极的氧化速率

2.1 实验目的

(1) 学习并掌握热失重法测定炭阳极氧化速率的原理与实验方法。

(2) 计算炭阳极空气氧化速率。

2.2 实验原理

在铝电解过程中中央阳极参与电化学反应而被连续消耗，工业生产上实际消耗的炭质量总是超过理论量。依炭阳极消耗机理来看，炭阳极的消耗除电化学反应消耗外，还包括与空气二氧化碳反应的消耗。化学消耗主要表现为炭阳极在空气中的氧化等。

炭阳极被空气氧化反应属于气固反应，是一种多相反应，其反应式如下：



亦可写成下面通式：



反应速率是对反应整体而言，故可写成：

$$v_{\text{反}} = -\left(\frac{1}{a}\right) \frac{dx[\text{A}]}{dt} = -\left(\frac{1}{b}\right) \frac{dx[\text{B}]}{dt} = -\left(\frac{1}{c}\right) \frac{dx[\text{C}]}{dt} \quad (2-3)$$

或

$$v_{\text{反}} = -\left(\frac{1}{b}\right) \frac{dx[\text{B}]}{dt} = Kx[\text{B}] \quad (2-4)$$

式中 $v_{\text{反}}$ ——化学反应速率；

K ——速率常数；

$x[\text{B}]$ ——炭阳极表面气体中 O_2 的浓度；

t ——反应时间。

由于多相反应的共同特点是反应物质存在于不同相内，而反应是在相界面上发生的，就与反应物质向界面扩散及反应产物扩散离开界面的过程有着密切关系。因此，扩散作用对多相反应是重要的。按菲克第一扩散定律，扩散速率可用下式表示：

$$v_{\text{扩}} = K'(x[\text{B}]_1 - x[\text{B}]) \quad (2-5)$$

式中 $v_{\text{扩}}$ ——扩散速率；

K' ——气体通过气膜的传质系数；

$x[\text{B}]$ ——气膜外气体中 O_2 的浓度；

$x[\text{B}]_1$ ——炭阳极试样表面上的 O_2 浓度。

炭阳极的氧化作用是上述两个环节组成的串联过程，当反应达到稳态时两种速率相等，则：

$$K'(x[\text{B}]_1 - x[\text{B}]) = K(\text{B})$$

即：

$$x[\text{B}] = \frac{K'}{K + K'} x[\text{B}]_1$$

所以：

$$v_{\text{扩}} = \frac{K \cdot K'}{K + K'} x[\text{B}]_1 = \frac{1}{\frac{1}{K} + \frac{1}{K'}} x[\text{B}]_1$$

当化学反应过程为控制步时，即 $K' \gg K$ ，则：

$$v_{\text{反}} = -\left(\frac{1}{b}\right) \frac{dx[\text{B}]}{dt} = Kx[\text{B}]_1 \quad (2-6)$$

式 (2-6) 表明，氧化反应速率可以用测定参加反应气体中的 O_2 浓度根据对应的时间与浓度作图，绘制出浓度随时间变化的曲线，从曲线上找出某个瞬间的斜率，即为该瞬间的反应速率，由于反应速率是对反应整体而言，炭阳极的耗量与 O_2 浓度的变化成正比，故在实验中是通过测定炭阳极在一定温度下在不同时间内的重量变化，绘出炭阳极失重与时间的关系曲线，由此计算炭阳极的氧化反应速率。

2.3 实验仪器设备与装置

(1) 仪器设备：精密温度自动控制器 1 台，加热电炉 1 台，电

子天平 1 台, MD200-3, 直流电位差计 1 台, UJ-36。

(2) 实验装置: 实验装置连接如图 2-1 所示。

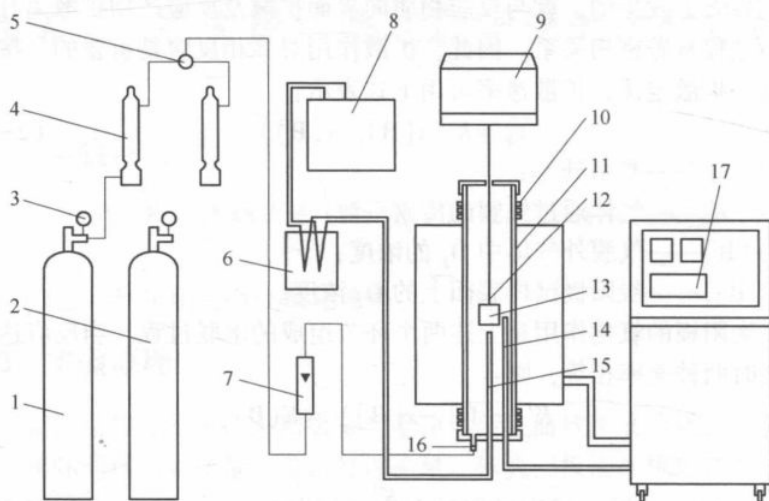


图 2-1 测定炭阳极氧化速率实验装置示意图

- 1—空气钢瓶; 2—氮气钢瓶; 3—氧气表; 4—干燥塔; 5—三通阀门;
6—冰点器; 7—转子流量计; 8—直流电位差计; 9—电子天平;
10—水冷却管; 11—刚玉管; 12—金属吊丝; 13—炭阳极试样;
14—控温热电偶; 15—测温热电偶; 16—进气管; 17—控温仪

2.4 实验步骤

(1) 试样准备:

1) 将炭阳极加工成 $\phi 20\text{mm} \times 40\text{mm}$ 的圆柱体, 并在其端面中心部位钻一个 $\phi 2\text{mm} \times 10\text{mm}$ 的孔, 以便固定悬挂金属钩用。

2) 取一段 $\phi 5\text{mm}$ 金属丝, 将一端弯成圆弧形, 另一端插入炭阳极试样的圆孔中。

3) 在炭阳极试样两端面上涂一层快干水泥, 并在 150°C 的烘箱里烘干。

4) 将制备好的炭阳极试样挂在天平金属吊丝下端的圆环上。

(2) 测定:

2.7 实验数据处理与报告编写

2.7.1 数据处理

(1) 以失重、反应时间和参与反应的试样表面积来计算氧化速率:

$$K = \frac{W_1 - W_2}{s(t_2 - t_1)} \times 10^3 \quad (2-7)$$

式中 K ——炭阳极试样空气氧化速率, $\text{mg}/(\text{cm}^2 \cdot \text{h})$;

W_1 ——炭阳极试样在 t_1 时的重量, g ;

W_2 ——炭阳极试样在 t_2 时的重量, g ;

t_1 ——前一次称重时刻, h ;

t_2 ——后一次称重时刻, h ;

s ——参与氧化反应试样的表面积, cm^2 。

(2) 如果在实验中阳极试样脱落的粉尘数量较多时, 可用下面的方式计算氧化速率:

$$K = \frac{W_1 - W_2 - W_3}{s(t_2 - t_1)} \times 10^3 \quad (2-8)$$

式中 W_3 ——粉尘重量, g 。

2.7.2 编写报告

(1) 简述实验的基本原理。

(2) 记明实验数据、条件。

(3) 绘制炭阳极试样失重与时间的关系曲线。

(4) 计算炭阳极试样空气氧化速率, 讨论测定炭阳极空气氧化速率的意义。

2.8 思考题

(1) 何谓加热电炉的恒温带, 怎样测定电炉的恒温带?

(2) 如果用同一转子流量计分别测量空气的流量和氮气的流量(使用条件一致), 若两种气体的流量示值相同, 请问两种气体的实际流量相同吗, 为什么?

实验3 硅热法炼镁实验

3.1 实验目的

- (1) 学习硅热法炼镁的基本原理。
- (2) 掌握硅热法炼镁实验的全过程。
- (3) 学会硅热法炼镁的配料计算。

3.2 实验原理

白云石煅烧后称为煅白，主要组成为 MgO 、 CaO 、 SiO_2 和 Al_2O_3 等。为了获得金属镁，应选择在反应温度下氧化物的标准生成自由焓变化比氧化镁的标准生成自由焓变化小的元素作为还原剂，还原剂的选择可参照艾林汉图，如图 3-1 所示。

由图 3-1 可见，硅可以做 MgO 的还原剂，还原起始温度为 2375°C 。当用硅（铁）还原煅白时，生成稳定的化合物二钙硅酸盐，此时还原起始温度降低约 600°C ；用硅还原煅白的平衡温度随压力减小而降低。用硅还原煅烧白云石的反应可用式（3-1）表示：



在一定的高温 and 一定的真空条件下，反应迅速向右进行，还原出的镁呈气态，在结晶器中结晶。在用硅还原煅白的热法炼镁中，温度控制在 $1150 \sim 1200^\circ\text{C}$ ，真空度保持在 $133.22 \sim 13.33\text{Pa}$ 。实验流程如图 3-2 所示。

3.3 实验仪器设备与试剂

(1) 实验仪器设备：高温还原炉及温度控制装置，真空机组及真空检测装置，制团设备，还原罐，天平。

真空实验装置如图 3-3 所示。

(2) 实验试剂：实验所用原料为白云石，其分子式为 CaCO_3 。