

№ 774

МИСиС

В.К. Кулифеев

Л.М. Леонова

Г.Г. Божко

А.Н. Кропачев

Металлургия редких металлов

Лабораторный практикум

ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО ПО ОБРАЗОВАНИЮ

№ 774

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ ТЕХНОЛОГИЧЕСКИЙ УНИВЕРСИТЕТ

МОСКОВСКИЙ ИНСТИТУТ СТАЛИ
И СПЛАВОВ

МИСиС



Кафедра металлургии цветных, редких и благородных металлов

В.К. Кулифеев

Л.М. Леонова

Г.Г. Божко

А.Н. Кропачев

Металлургия редких металлов

Лабораторный практикум

Под редакцией профессора В.В. Миклушевского

Допущено учебно-методическим объединением по образованию в области металлургии в качестве учебного пособия для студентов высших учебных заведений, обучающихся по специальности Металлургия цветных металлов

УДК 669.2/8.013.011.63:004.9
М41

Рецензент
д-р техн. наук, проф. Э.В. Адамов

Металлургия редких металлов: Лаб. практикум / В.К. Кулифеев, Л.М. Леонова, Г.Г. Божко, А.Н. Кропачев; Под ред. В.В. Миклушевского. – М.: Изд. Дом МИСиС, 2008. – 87 с.

Цель лабораторного практикума – ознакомить студентов с основными технологическими процессами переработки рудного сырья, содержащего редкие, радиоактивные и редкоземельные металлы; со способами очистки и процессами производства металлов.

Соответствует программе курса «Металлургия редких металлов».

Предназначен для студентов, обучающихся по программе подготовки бакалавров по направлению «Металлургия» по профилю «Металлургия цветных металлов», а также для студентов, обучающихся по специальности «Металлургия цветных металлов».

СОДЕРЖАНИЕ

Введение	4
Лабораторная работа 1. Вскрытие вольфрамовых концентратов спеканием с содой	5
Лабораторная работа 2. Получение триоксида вольфрама.....	9
Лабораторная работа 3. Вскрытие шеелитового концентрата кислотным способом.....	15
Лабораторная работа 4. Моделирование процесса обжига сульфидных концентратов в печах кипящего слоя на ЭВМ.....	19
Лабораторная работа 5. Получение парамолибдата аммония из огарков молибденитовых концентратов.....	26
Лабораторная работа 6. Аллюминотермическое получение феррониобия.....	32
Лабораторная работа 7. Моделирование процесса зонной плавки полупроводниковых рассеянных редких металлов на ЭВМ.....	40
Лабораторная работа 8. Электрохимическое получение галлия.....	51
Лабораторная работа 9. Получение полирующих порошков на основе РЗМ.....	56
Лабораторная работа 10. Исследование экстракции неодима трибутилфосфатом в режиме противотока.....	62
Лабораторная работа 11. Моделирование процесса металлотермического получения высокоактивных редких металлов на ЭВМ.....	68
Лабораторная работа 12. Выделение индия из растворов цементацией	76
Лабораторная работа 13. Экстракционная очистка урановых концентратов	81

ВВЕДЕНИЕ

Лабораторный практикум служит базой для освоения курса «Металлургия редких металлов» и выполнения выпускной работы на завершающем этапе.

Курс «Металлургия редких металлов» и лабораторный практикум являются также основой для подготовки бакалавров по профилю «Порошковая металлургия, композиционные материалы, покрытия».

Цель практикума – ознакомить студентов с основными технологическими процессами производства редких металлов. Тематика работ отражает все многообразие процессов, применяемых при производстве редких металлов. Рассмотрены гидрометаллургические и пирометаллургические процессы вскрытия (лабораторные работы 1, 3, 4); гидрометаллургические способы очистки и выделения соединений редких металлов различных классов (лабораторные работы 2, 5, 10); пиро- и гидрометаллургические способы получения металлов (лабораторные работы 6–9; 11).

Практикум создан на основе лабораторного практикума, изданного в 1987 г. (авторы В.К. Кулифеев, Б.Н. Коршунов, Н.Н. Ракова, В.В. Сафонов), который был полностью переработан с учетом современных стандартов.

В практикум введено несколько новых работ. Часть работ, не отвечающих профилю подготовки бакалавров, выведена из практикума. Во всех работах усилена расчетная часть и обработка экспериментальных данных, применена единая система выполнения, оформления и защиты работ.

Защита проводится в учебное время на занятиях типа «семинар – защита», что обеспечивает более глубокое усвоение материала студентами и позволяет им освоить навыки выступления перед аудиторией.

После изучения разделов лекционного курса, по которым не предусмотрено проведение лабораторных работ, студенты выполняют небольшие рефераты.

Выполнение лабораторных работ проводится параллельно изучению курса. Количество работ, составляющих лабораторный практикум, больше, чем предусмотрено учебным планом. Работы различаются по тематике и продолжительности выполнения, что дает возможность по каждому профилю иметь свой набор работ или заменять их по решению преподавателя, читающего курс.

Студент приступает к каждой лабораторной работе после домашней подготовки и успешного прохождения тестирования.

Лабораторная работа 1

ВСКРЫТИЕ ВОЛЬФРАМОВЫХ КОНЦЕНТРАТОВ СПЕКАНИЕМ С СОДОЙ

(2 часа)

1.1 Цель работы

Цель данной работы – привить студентам навыки проведения в лабораторных условиях процессов разложения вольфрамовых концентратов путем спекания с содой.

1.2 Теоретическая часть

Вольфрам (W) находится в VI побочной группе Периодической системы. Это редкий тугоплавкий металл. Его температура плавления 4400 °С, температура кипения 5900 °С. Скорость его испарения даже при 2000 °С ничтожно мала. Это наиболее прочный из всех известных металлов, который сохраняет свои прочностные характеристики даже при повышенных температурах. Механической обработке (ковке, прокатке и волочению) вольфрам поддается только при нагреве. Важнейшие химические соединения в технологии производства вольфрама: вольфрамовая кислота – H_2WO_4 , паравольфрамат аммония (ПВА) – $5(\text{NH}_4)_2 \cdot 12\text{WO}_3 \cdot n\text{H}_2\text{O}$, $(\text{NH}_4)_{10} \cdot \text{W}_{12}\text{O}_{41} \cdot n\text{H}_2\text{O}$, триоксид вольфрама – WO_3 .

Вольфрам находит широкое применение в современной технике в виде чистых металлов и в виде сплавов, из которых важнейшие – твердые сплавы на основе карбида вольфрама, износостойкие, коррозионностойкие, жаропрочные стали и др.

Вольфрам – малораспространенный элемент. Его кларк составляет 10^{-4} % (по массе). Известно более 15 минералов вольфрама, представляющих собой соли вольфрамовой кислоты. Из них только два – вольфрамит и шеелит – имеют промышленное значение.

Вольфрамитовые и шеелитовые концентраты – основное сырье для получения вольфрама.

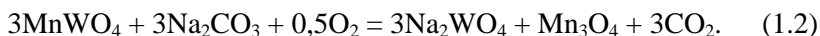
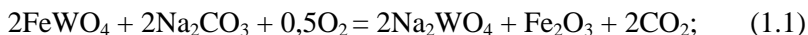
Вольфрамит ($(\text{Fe}, \text{Mn})\text{WO}_4$) – изоморфная смесь вольфраматов железа и марганца переменного состава. Содержание WO_3 в вольфрамите 75,6–76,3 %.

Шеелит (CaWO_4) – природный вольфрамат кальция, довольно часто содержит примесь повеллита CaMoO_4 .

Минимальное содержание WO_3 в рудах, при котором рентабельна их разработка, составляет 0,14–0,15 % для крупных месторождений и 0,4–0,5 % для мелких. Наряду с минералами вольфрама в рудах присутствуют и минералы примесей: кремнезем, пирит, халькопирит, касситерит, сульфиды молибдена, повеллит, апатит, аурипигмент и др. Получаемые после обогащения концентраты содержат до 55–65 % WO_3 .

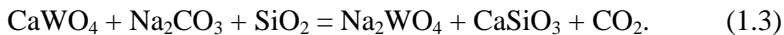
Для вскрытия вольфрамовых концентратов в зависимости от вида сырья и масштабов производства применяют щелочную или кислотную обработку. Наибольшее распространение получили щелочные способы вскрытия. Кислотное разложение применяют только при переработке богатых шеелитовых концентратов. Наиболее распространенный промышленный способ разложения вольфрамитовых и шеелитовых концентратов – спекание с содой.

При взаимодействии вольфрамита с содой образуется растворимый в воде вольфрамат натрия и малорастворимые оксиды железа и марганца:



Спекание производят при температуре 800–900 °С и избытке соды (10–15 % от стехиометрически необходимого количества – С.Н.К.), что обеспечивает практически полное разложение концентрата (99,5 %). Для интенсификации окисления двухвалентного железа и марганца и последующего их отделения в шихту добавляют селитру (1–4 % от массы концентрата).

Шеелит взаимодействует с содой по реакции



Кварцевый песок вводится в шихту в целях снижения расхода соды, а для обеспечения высокой степени извлечения вольфрама в шихту вводится избыток соды: 50–100 % от С.Н.К. Примеси, содержащиеся в концентрате, образуют при спекании с содой растворимые натриевые соли.

1.3 Аппаратура и материалы

1 Весы технические.

- 2 Муфельная печь.
- 3 Противень стальной.
- 4 Щипцы тигельные.
- 5 Скребок стальной.
- 6 Колба стеклянная (300 см³).
- 7 Вольфрамовый концентрат.
- 8 Сода кальцинированная техническая.
- 9 Селитра калийная.
- 10 Песок кварцевый.

1.4 Порядок выполнения работы

1 На технических весах взять навеску вольфрамового концентрата с точностью до 0,1 г (масса навески и тип концентрата задаются преподавателем).

2 Вольфрамитовый концентрат смешать с содой и селитрой. Количество соды взять с избытком 100 % от С.Н.К. по реакциям (1.1) и (1.2), селитры – 2 % от массы концентрата.

3 Шеелитовый концентрат смешать с содой и кварцевым песком: количество соды – 160 % от С.Н.К., кварцевого песка – теоретически необходимое количество по реакции (1.3).

4 Компоненты шихты смешать путем встряхивания в стеклянной колбе в течение 10 мин.

5 Шихту загрузить в стальной противень, поместить в предварительно разогретую до температуры 850 °С муфельную печь и спекать в течение 1 ч. Во время спекания каждые 15 мин перемешивать шихту стальным скребком.

6 После спекания спек охладить, измельчить в фарфоровой ступке и взвесить на технических весах.

1.5 Указания по технике безопасности

1 Студент допускается к выполнению работы после инструктажа у преподавателя.

2 Операцию спекания проводить в исправной муфельной электропечи, помещенной в вытяжном шкафу.

3 При спекании шихты перемешивание производить при выключенном муфеле с применением защитных рукавиц и тигельных щипцов.