

УДК 669. 7. 011

ВАКУУМНЫЙ СПОСОБ ПЕРЕРАБОТКИ МЕДНО-ЦИНКОВЫХ ПРОДУКТОВ

Е. К. Абрамова

Вакуумный метод — один из новых и перспективных путей переработки медно-цинковых промпродуктов. Он позволяет повысить извлечение ценных элементов за счет уменьшения их потерь при переработке в герметически закрытых аппаратах. Возможность широкого внедрения этого метода обеспечивается современным уровнем развития вакуумной техники.

Идея применения вакуума для селекции сульфидных материалов не нова, но из-за недостаточного развития вакуумной техники в прошлые годы работы по разгонке сульфидов в вакууме немногочисленны и носят в основном поисковый характер. При отгонке свинца и цинка из полиметаллических штейнов и концентратов установлено, что свинец переходит в возгоны практически полностью при температуре $900-1000^{\circ}\text{C}$, остаточном давлении $0,1-0,5\text{ мм рт. ст.}$ в течение часа при высоте слоя $2-10\text{ мм}$, цинк при этом возгоняется на $15-45\%$, сера на $40-50\%$. Полная возгонка цинка достигается при $1050-1100^{\circ}\text{C}$.

Основным фактором, значительно влияющим на отгонку летучих сульфидов, является температура. Время отгонки не оказывает существенного влияния. Остаточное давление в системе необходимо поддерживать в пределах $0,1-1,0\text{ мм рт. ст.}$ [Есютин, Онаев, 1961; Исакова, Нестеров, Цефт, 1963; Меченов, 1958; Новые способы. 1962; Плаксин, Зырянов, 1963].

Ниже представлены результаты исследований по изучению процессов отгонки сульфида цинка из медно-цинковых промпродуктов, полученных при обогащении медно-цинковых руд.

Опыты выполнялись на двух установках, отличающихся друг от друга лишь размерами реакционного пространства. Схема обеих установок совершенно одинакова и в общем виде представлена на рисунке.

Реакционной ретортой 1 являлась фарфоровая газонепроницаемая труба с внутренним диаметром 16 мм и длиной 700 мм для малых навесок и с внутренним диаметром 40 мм и длиной 1 м для больших.

Печь 2 служила для разогрева реторты до заданной температуры. Температура замерялась платино-платинородиевой термопарой 5, соединенной компенсационным проводом с потенциометром 6 типа ПП. Спай термопары касался дна реакционного тигля. Вакуум, создаваемый в реторте насосом 7, замерялся ртутными манометрами: U-образным 8 и системы Мак-Леода 9. Собранная установка обеспечивала устойчивый

рабочий вакуум порядка $1 \cdot 10^{-2}$ мм рт. ст. Исходная навеска в 2 г загружалась в форфоровый тигель 3 с внутренним диаметром 8 мм и длиной 70 мм. Конденсаторами 4 были кварцевые трубки длиной 300 мм. Внутренний диаметр конденсатора соответствовал наружному диаметру реакционного тигля. Навески в 50 г загружались в корундовый тигель с внутренним диаметром 30 мм и длиной 80 мм. Конденсаторами для этих тиглей служили кварцевые трубки длиной 300 мм и наружным диаметром 30 мм.

Порядок проведения эксперимента был следующим. Тигель с навеской и конденсатором помещался в реакционную зону реторты. Система откачивалась насосом до рабочего вакуума, после чего включался нагрев печи. Реторта разогревалась до заданной температуры примерно за 20 мин; навеска выдерживалась при этой температуре необходимое время и по окончании опыта охлаждалась под вакуумом. Полученные в результате отгонки конденсат и остаток взвешивались и подвергались химическому анализу. Степень отгонки ZnS рассчитывалась по составу и выходу остатка.

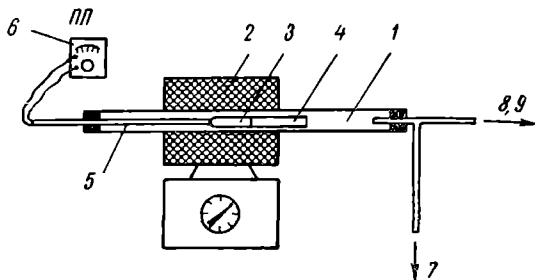


Схема установки для изучения процесса отгонки сульфида цинка из медно-цинкового продукта.

Исходными материалами для исследований являлись медно-цинковые продукты следующего состава (%):

	Zn	Cu	Pb	Fe	S
а	47,5	6,18	0,37	4,51	28,18
б	23,8	7,39	0,2	11,51	22,99
в	22,0	5,0	0,16	27,8	38,92

Перед загрузкой в печь продукты брикетировались на лабораторном гидравлическом прессе под давлением 500 кг/см^2 и сушились на воздухе при $t \text{ } 200\text{--}300^\circ \text{C}$ в течение 6—8 ч.

Влияние температуры на отгонку сульфида цинка. Опыты с навесками 1—2 г проводились в течение 30 мин, с навесками 50—100 г — 120 мин. Из таблицы следует, что отгонка ZnS из всех исследованных продуктов идет одинаково. Повышение температуры от 950 до 1150°C увеличивает степень отгонки сульфида цинка с 11,3 до 99,4%. Таким образом, сульфид цинка при 1150°C отгоняется практически нацело.

Влияние температуры на степень отгонки сульфида цинка

$t, ^\circ \text{C}$	Степень отгонки ZnS, %					
	а		б		в	
	2 г	50 г	2 г	50 г	2 г	50 г
950	11,3	—	11,3	—	11,4	—
1000	—	—	—	—	31,6	—
1050	75,0	73,3	75,0	70,8	—	72,0
1100	97,5	—	98,0	—	91,5	—
1150	99,94	99,35	99,94	99,94	99,94	99,95
1200	—	—	99,94	99,99	—	—
1250	—	—	—	—	99,93	—

Идентичность данных, полученных для проб различного веса при прочих равных условиях, свидетельствует об устойчивости процесса отгонки сульфида цинка.

Влияние времени на отгонку сульфида цинка изучалось для медно-цинкового продукта *a* при температуре 1050° С (навески 1 г):

Время отгонки концентрата, мин	18	30	60	90
Степень отгонки ZnS, %	62,0	67,7	89,0	99,94

Влияние остаточного давления на отгонку сульфида цинка изучалось с навесками 1 г при температуре отгонки 1050° С и времени 30 мин:

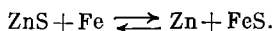
Остаточное давление в системе, мм рт. ст.	20	10	1,0	0,1	0,01	0,001
Степень отгонки ZnS, %	7,07	9,9	15,6	78,0	79,0	79,0

Снижение остаточного давления от 20 до 0,01 мм рт. ст. увеличивает степень отгонки ZnS с 7,07 до 79%. До давления в системе, соответствующего 0,1 мм рт. ст., летучесть ZnS нарастает медленно; при остаточном давлении, близком к 0,1 мм рт. ст., отгонка сульфида цинка резко возрастает. Дальнейшее снижение остаточного давления фактически не влияет на полноту отгонки. Полученные данные можно объяснить тем, что при малых остаточных давлениях (порядка 0,1—0,001 мм рт. ст.) средняя длина свободного пути молекул газа настолько увеличивается, что присутствие газа не оказывает заметного влияния на скорость отгонки ZnS. На практике процесс отгонки сульфида можно проводить и при остаточном давлении порядка 1 мм рт. ст. В этом случае увеличение скорости отгонки ZnS достигается повышением температуры:

Температура отгонки, °С	1050	1100	1150	1200
Степень отгонки ZnS, %	15,6	33,8	81,8	99,99

Удаление сульфида цинка значительно облегчает металлургическую переработку нелетучих ценных составляющих медно-цинковых продуктов.

В связи с переходом ZnS в газовую форму возникает вопрос о возможности перевода его в металлическую форму, с использованием реакции



Этот процесс в вакууме достаточно полно протекает при температуре 880° С.

Проведенные опыты поискового характера были выполнены так, что взаимодействие паров сульфида цинка с железной стружкой проходило в графитовом приемнике, который располагался на выходе паров ZnS из реакционного тигля. Получаемый конденсат содержал как сульфид цинка, количество которого зависело от количества железной стружки в приемнике и от температуры отгонки из промпродукта, так и металлический цинк, который конденсировался в более холодной зоне, чем сульфид цинка. Полученный металл был блестящим, плотным и легко отделялся от стенок конденсатора.

Проведенные исследования по отгонке ZnS из медно-цинковых продуктов различного состава свидетельствуют о возможности при сравнительно невысоких температурах и применяемом на практике вакууме полностью перевести сульфид цинка в газовую форму, что дает эффективный путь переработки медно-цинковых материалов.

ЛИТЕРАТУРА

Есютин В. С., Онаев И. А. Дистилляция свинца и цинка из полиметаллических штейнов в вакууме. Ж. прикл. химии, т. XXXIV, вып. 1, 1961.

Исакова Р. А., Нестеров В. Н., Цефт А. Л. Извлечение свинца и цинка из полиметаллических штейнов отгонкой в вакууме. Цветная металлургия, т. 8. Изд-во АН КазССР, 1963.

Меченов П. И. Вакуум-термический способ возгонки свинца, свинцовых и цинковых соединений из свинцово-медного штейна. Цветные металлы, № 1, 1958.

Новые способы комплексной переработки полиметаллического сырья. Изд-во АН КазССР, 1962.

Пазухин В. А., Фишер А. Я. Вакуум в металлургии. Металлургиздат, 1956.

Плаксин И. Н., Зырянов М. Н. Комплексная переработка свинцово-цинкового сырья. Изд-во АН СССР, 1963.
