

Лабораторна робота

ДИСТИЛЯЦІЙНЕ РАФІНУВАННЯ АЛЮМІНІЄВИХ РОЗПЛАВІВ

Мета роботи:

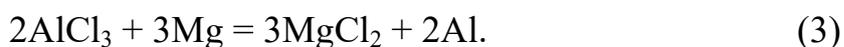
- вивчити теоретичні основи і технологію дистиляційного рафінування алюмінієвих сплавів від металевих домішок;
- отримати навички проведення в лабораторних умовах процесу дистиляційного рафінування алюмінієвих розплавів від Цинку і Магнію;
- встановити вплив основних технологічних параметрів процесу дистиляційного рафінування на його техніко-економічні показники;
- опанувати технологічними розрахунками.

Теоретична частина

Алюмінієві розплави, що отримують шляхом переплавлення вторинної алюмінієвої сировини, містять металеві домішки (Магній, Цинк, Ферум та ін.) в більших кількостях, ніж передбачено стандартом. Окремі домішки можна видаляти з розплавів за допомогою вибіркового окиснення. Так, Магній, Цинк, Кальцій, Цирконій, мають більшу спорідненість до Оксигену, ніж Алюміній. Протягом переплавлення ці метали інтенсивно окиснюються, особливо при перемішуванні, і переходять у шлак, який знімають з поверхні металу.

Вміст домішок Натрію, Магнію, Титану, Літію, тобто таких металів, які утворюють стійкі нітриди, можна знизити продуванням розплаву Нітрогеном.

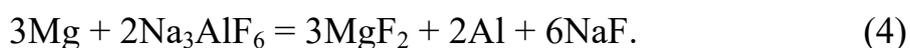
Під час продування алюмінієво-магнієвих сплавів Хлором або сумішшю Нітрогену з 7–10 % Хлору відбуваються взаємодії за наступними реакціями:



Хлориди магнію, що утворюються, розчиняються в шарі флюсу. Для запобігання перегріванню металу через екзотермічність утворення хлориду

магнію продувку рекомендується проводити за можливо нижчої температури або вводити суміш Нітрогену з 7–10 % Хлору. Одночасно майже повністю можна видалити зі сплаву домішки Натрію і Літію.

Очищення розплаву від Магнію відбувається і під час вдування в розплав за допомогою Нітрогену порошкоподібного хлориду алюмінію за реакцією (7.3). Однак в промисловості для очищення алюмінієвих розплавів від Магнію знайшов найбільшого поширення метод, заснований на взаємодії Магнію з кріолітом за температури 850–900 °С:



Вміст Магнію в алюмінієвому сплаві знижується до 0,05 %.

Ліквацийні способи рафінування засновані на змінній розчинності домішок в Алюмінії під час охолодження. Фази, що виділяються при кристалізації з розчину та збагачені домішками, видаляють фільтрацією або іншими методами. Так, при охолодженні алюмінієво-силіцієвих розплавів до температури 580–600 °С випадають кристали, збагачені Ферумом, які можна відокремити від розплаву фільтрацією або центрифугуванням. Масова частка Феруму в очищеному сплаві не перевищує 0,7 %.

У способах очищення сплавів від металевих домішок за допомогою вибіркової розчинності використовують, по суті, описані раніше процеси, тому їх відносять до числа ліквацийно-кристалізаційних. Вони здійснюються шляхом сплавлення забрудненого домішками алюмінієвого сплаву з металами, в яких добре розчиняється Алюміній, але не розчиняються домішки (наприклад, Ферум). Останні потім відокремлюють від рідини одним з описаних раніше способів, а метал-розчинник видаляють дистиляцією в вакуумі. Зазвичай для очищення алюмінієвих сплавів від Феруму, Силіцію та інших компонентів застосовують Магній, Цинк, Меркурій. Способи називають за найменуванням металу-розчинника.

Одним зі способів, що мають промислове застосування, є рафінування Алюмінію дистиляцією. Спосіб заснований на відмінності пружності парів

Алюмінію і металу-домішки. Зіставлення пружності парів металів показує, що такі легкі метали, як Hg, K, Na, Zn, Mg, Ca, Cd, Ba, Bi, As, Pb, Mn, можна дистилювати з Алюмінію, а Алюміній дистилується з Si, Cu, Cr, Fe, Ni, Be. Для дистиляції при нормальному тиску слід нагріти метал до високої температури, але з пониженням тиску температура нагрівання може бути значно знижена.

Найбільш просто відбувається рафінування алюмінієвих сплавів від Цинку. Під час відгоняння з алюмінієвих сплавів Магнію необхідно застосовувати захисний газ для запобігання вибухів пірофорного конденсату Магнію.

Для відгоняння Цинку і Магнію з алюмінієвих сплавів у промисловості застосовують низькочастотну індукційну електричну піч ІАКД-6. До шахти індукційної печі приєднані два конденсатори, які є циліндричними камерами, що забезпечені ніхромовими нагрівачами для регулювання температури. Піч укладено в герметичний сталевий кожух.

Вакуумна дистиляція алюмінієво-магнієвих сплавів при температурі 880–950 °С і залишковому тиску 10–15 Па в печі ІАКД-6 знижує масову частку Магнію до 0,1–0,2 %.

Рафінування алюмінієвих розплавів від Цинку проводять вакуумною дистиляцією при температурі 900–1000 °С і залишковому тиску 100–150 Па в печі ІАКД-6. Для інтенсифікації процесу розплав барботують Аргоном. Масова частка Цинку знижується до 0,3 %.

Ефективність дистиляції Цинку при однакових поверхнях ванни та інтенсивності перемішування металу визначається пружністю парів Цинку, яка залежить від температури, тиску і масової частки Цинку в сплаві, а також тривалістю процесу.

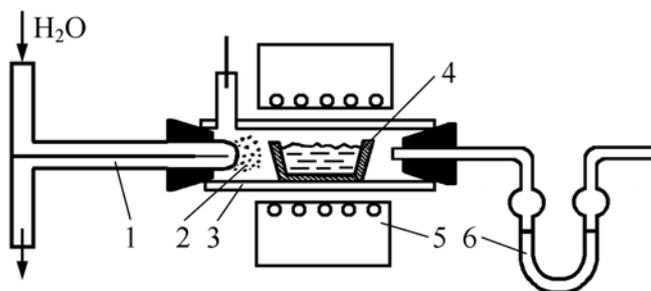
Експериментальна частина

Прилади і матеріали: установка для рафінування алюмінієвих сплавів дистиляцією; порцелянові човники; аналітичні ваги; набір плавильного

інструменту: набір підготовчих алюмінієвих сплавів для приготування сплаву заданого складу; спецодяг; захисні окуляри; рукавиці.

Опис установки

Дистиляційне рафінування алюмінієвих розплавів, що містять металеві домішки (Цинк, Магній), виконується на лабораторній установці (рис. 1). Вона складається зі сталеві трубки (реактора), вставленої в горизонтальну муфельну піч з автоматичним регулюванням температури. Трубка з двох кінців закрита гумовими пробками. На одному кінці реактора пробка має отвір для встановлення трубки, з'єднаної з манометром, а на іншому кінці – отвір для встановлення холодильника, на якому осідає метал (конденсат). У реакторі встановлено човник з розплавленим металом. Розрідження в реакторі створюється вакуум-насосом.



- 1 – холодильник; 2 – конденсат; 3 – реактор;
- 4 – човник з розплавленим металом;
- 5 – муфельна електропіч; 6 – манометр

Рисунок 1 – Схема установки для дистиляційного рафінування алюмінієвих сплавів

Порядок проведення роботи

На аналітичних вагах зважити порцеляновий човник з наважкою алюмінієвого сплаву з точністю до 0,01 г (маса наважки, склад алюмінієво-цинкового або алюмінієво-магнієвого сплаву задаються викладачем).

Човник з наважкою сплаву встановити в реактор.

Включити вакуум-насос і човник витримувати в реакторі при заданій температурі досліду протягом певного часу (умови досліду задаються викладачем).

Після досліду з реактора витягнути човник і холодильник з конденсатом, охолодити. Зважити човник і конденсат, визначити вихід рафінованого металу і конденсату за формулами:

$$B_{Me} = \frac{m_{лн} - m_k}{m_H} \cdot 100, \quad (4)$$

де B_{Me} , B_k – вихід відповідно очищеного металу і конденсату, %;

$m_{лн}$ – маса човника з наважкою сплаву до досліду, г;

m_H – маса наважки сплаву, г.

$$B_k = \frac{m_k \cdot 10^4}{m_H \cdot C_{Zn}}, \quad (5)$$

m_k – маса конденсату, г;

C_{Zn} – вміст цинку в сплаві, %.

До початку досліду розрахувати теоретичну тривалість процесу вакуумного знецинкування за рівнянням Девея:

$$\tau = \frac{r \cdot m_p}{100 \cdot a \cdot F} \cdot \ln \frac{C_{A1} - r \cdot P_{зг}}{C_{A2} - r \cdot P_{зг}}, \quad (6)$$

де τ – тривалість відгонення леткого компонента A , с;

m_p – маса розплаву, г;

C_{A1} , C_{A2} – відповідно вихідна і кінцева концентрації компонента A в розплаві, %;

$$r = C_{A1} / (P_A^0 \cdot N_{A1});$$

P_A^0 – тиск насиченої пари компонента A при заданій температурі, мм рт. ст.;

N_{A1} – мольна частка компонента A в вихідному сплаві;

$P_{зг}$ – тиск залишкових газів в системі, мм рт. ст.;

$$a = 0,05833 \cdot \sqrt{M_A / T};$$

M_A – молекулярна маса компонента A ;

T – температура випаровування (сублімації), К;

F – поверхня випаровування, см².

Вказівки з техніки безпеки

Студент допускається до виконання роботи після інструктажа у викладача.

Операцію дистиляційного рафінування проводити в справній горизонтальній муфельній електропечі для дистиляції. При проведенні дистиляції вмикати вентиляцію і закривати установку захисним екраном витяжної шафи.

Дистиляцію проводити із застосуванням захисних рукавиць і металевих гребків із захисними гумовими держаками.

Вимоги до звіту по роботі

Звіт по роботі повинний містити:

– мету роботи, короткий опис способів рафінування алюмінієвих розплавів від металевих домішок, опис теоретичних основ процесу дистиляційного рафінування алюмінієвих сплавів від металевих домішок;

– схему лабораторної установки для дистиляційного рафінування;

– вихідні дані (маса наважки, вихідна і кінцева концентрації металу-домішки в алюмінієвому сплаві);

– порядок виконання роботи і технологічні параметри проведення дистиляційного рафінування алюмінієвого розплаву (температура, тривалість, розрідження та ін.);

– розрахунок теоретичної тривалості процесу вакуумної дистиляції;

– розрахунки виходу рафінованого алюмінію і конденсату;

– графічні залежності щодо впливу технологічних параметрів на виходи рафінованого алюмінію і конденсату;

– висновки.

Контрольні запитання

1. Як класифікують домішки, що містяться в алюмінієвому розплаві?
2. Як класифікують методи рафінування алюмінієвих розплавів?
3. Назвіть способи очищення алюмінієвих розплавів від металевих домішок.
4. Які метали-домішки видаляють з алюмінієвих розплавів під час продування розплавів газами?
5. Який хімізм процесу очищення алюмінієвих розплавів продуванням газами?
6. В чому сутність ліквацийного рафінування алюмінієвих розплавів від металевих домішок?
7. Які метали-домішки видаляють з алюмінієвих розплавів ліквацийно-кристалізаційними методами?
8. Якими способами рафінують алюмінієві розплави від Магнію
9. Якими способами рафінують алюмінієві розплави від Цинку?
10. В результаті яких процесів відбувається рафінування алюмінієвих розплавів від Феруму?