DOI: 10.17117/na.2016.03.03.061

Поступила (Received): 24.03.2016

<http://ucom.ru/doc/na.2016.03.03.061.pdf>**Дьяков В.Е.****Вакуумный аппарат для очистки отходов свинцово-оловянных сплавов от висмута****Dyakov V.E.****Vacuum purification machine for waste lead-tin alloys of bismuth**

Разработан компактный аппарат непрерывной вакуумной дистилляции свинцово-оловянных сплавов производительностью 60 кг/час. Аппарат имеет три барометрические трубы для вывода продуктов из аппарата. Приведены показатели испытания отделения висмута из свинцово-оловянных сплавов. Показана эффективность раздельного выделения свинцово-висмутного конденсата от обратного промежуточного продукта, обогащенного оловом с сурьмой.

Определены коэффициенты разделения металлов

Ключевые слова: вакуумная рафинирование, висмут, свинцово-оловянные сплавы, коэффициенты разделения

Designed compact apparatus continuous vacuum distillation of lead-tin alloys capacity of 60 kg/h. The device has three pressure-tube for withdrawing from the apparatus. The indexes of the tests of separation of bismuth from lead-tin alloys. The efficiency separation of lead-bismuth circulating condensate from the intermediate product, enriched in tin with antimony. Determined the partition coefficients of metals

Key words: vacuum distillation, bismuth, lead-tin alloys, the partition coefficients

Дьяков Виталий Евгеньевич

Кандидат технических наук, консультант
Центральный научно-исследовательский институт олова

г. Новосибирск, ул. Аникина, 6

Dyakov Vitaliy Evgenievich

Candidate of Technical Sciences, Expert device
Central research institute of the tin
Novosibirsk, Anikina st., 6

В металлургии олова для очистки от висмута должное место занял процесс вакуумной дистилляции. Для этого разработаны несколько вакуумных аппаратов, которые используются на отечественном заводе и поставлены зарубежным фирмам [1]. Вакуумный аппарат представляет собой колонку барометрическим затвором на колонку тарелей подается расплавленное олово с расходом около 800 кг\час. По мере перетекания по тарелям олово нагревается осевым разрезным графитовым нагревателем подключенному к трансформатору мощностью 150-250квт. Примеси испаряются с поверхности олова на кольцевых тарелях, конденсируются на более холодных экранах. Расплав конденсата и очищенное олово выводятся из вакуумной камеры через барометрические трубы в приемные ванны. Как правило, вакуумной дистилляцией получают марочное олово из металла с содержанием примесей 0,5-3% свинца; 0,1-0,8% висмута; 0,1-0,5% сурьмы [1,3]. В аппарате вакуумной установки размером 6*5,3*8 м остается ми-

нимум 2т металла, запускается и выходит на режим в течение 30-48 часов. Выделение висмута и свинца в конденсат с высоким содержанием олова и возвращается в оборотную переработку.

Целью работы является разработка компактного вакуумного аппарата и испытать по выделению висмута из свинцово-оловянных отходов сплавов на целевые продукты.

Описание методики работы

Опытные испытания проводились на разработанном [3] аппарате (Рис 1). Расплавленное в котле 1 олово через регулятор расхода по барометрической трубе 2 подается в вакуумную камеру 3 на колонку из 10 кольцевых испарительных графитовых тарелей 4, с общей поверхности испарения 26 дм², установленных одна на другую коаксиально нагревателю 5.

Рис. 1. Вакуумный аппарат разделения висмут содержащих сплавов

Олово переливается через отверстия из одной тарели в другую и нагревается за счет осевого графитового нагревателя 5 до 1200–1400°C. Особенностью аппарата в отличие от промышленного являлось наличие трех барометрических труб с приемными ваннами. С нижней тарели очищенное олово стекает по барометрической трубе 6 в приемный бак олова 7. Конденсация паров металлов-примесей происходит на вертикальных поверхностях наружных цилиндрических экранов 8, стекает на кольцевой канал 9 по периферии днища и по барометрической трубе 10 выводится в приемный бак 11.

Отдельно собирался конденсат от первого экрана около тарелей по внутреннему кольцевому каналу 12 в подине выводился конденсат менее летучих металлов Sn, Sb по барометрической трубе 13 и сливался в ванну 14.

Для сохранения вакуума в камере с обеспечением подачи олова из исходного котла под атмосферным давлением и вывода продуктов из вакуумной камеры предварительно приемные ванны заполнялись исходным расплавленным металлом. Вакуум в камере создается форвакуумным насосом до остаточного давления в печи 13-30 Па. Предварительно установкой трех термопар тарирована зависимость температур тарелей, экранов от силы тока на нагревателе.

$T_{\text{таp}} = 1,43 \cdot T_{\text{эк}} + 130$ с корреляцией 0,99 в интервале $T_{\text{э}} - 300 - 900^\circ\text{C}$ (1)

В последующих испытаниях температура замеряется термопарой ХА установленной на экране. Подаваемая мощность регулируется изменением силы тока на нагревателе тиристорным регулятором. Производительность подачи исходного сплава регулируется игольчатым питателем. Периодически отбирались пробы продуктов и исходного металла для анализа.

Анализы проб выполнялись на атомно эмиссионном спектрометре с индуктивно связанной плазмой IRIS Interpid компании «Intertech Corp».

Результаты работы и обсуждение

Опыты по вакуумной дистилляции висмут содержащего сплава состава, вес %: Sn-50,8; Pb-45,27; Bi-3,8; Sb-0,05 проводили на описанном вакуумном аппарате. Результаты по распределению компонентов на отдельные промпродукты и установления равновесия при запуске аппарата представлены в табл. 1.

Таблица 1. Кинетика отгонки висмута из свинцово-оловянного сплава

Мо- мент	Вес и состав % слива 1				Вес и состав % слива 2				Вес и состав % слива 3			
	вес,кг	Pb	Bi	Sn	вес,кг	Pb	Bi	Sn	вес,кг	Pb	Bi	Sn
0	0	45	3,8	50,9	0	45,3	3,8	50,9	0	45,3	3,8	50,9
156	171	36	2,5	61,5	3,0	59,4	1,59	38,6	17	77,7	3,6	17,9
221	243	32	2,4	65,9	5,4	66,5	1,9	31,0	31	87,1	4,3	8,3
351	386	29	2,1	68,8	8,8	90,9	1,75	6,7	50	91,9	4,9	3,1
526	578	27	2,2	70,6	15	91,0	1,87	6,6	85	92,9	4,8	2,2
706	776	24	1,6	74,8	22	91,0	1,87	6,6	127	92,9	4,8	2,2
890	978	19	1,0	80,2	31	87,7	2,4	9,5	178	92,1	5,6	2,1
1080	1187	9	0,51	90,4	43	87,2	2,39	9,9	250	91,8	5,9	2,1
1200	1319	5,4	0,20	94,3	52	86,5	2,49	10,5	298	91,7	6,2	1,9
1380	1516	2,2	0,10	97,6	65	85,5	2,63	11,4	376	91,6	6,6	1,7
1500	1648	0,3	0,10	99,5	74	84,8	2,73	12	432	91,5	6,8	1,5

В приемные ванны трех барометрических труб залит металл исходного состава. Исходный металл подавался в аппарат с производительностью-1,1 кг/мин. Температура на первом экране 680°C и соответственно этому температура на испарительных тарелях 1200°C.

Изменение содержания олова в ваннах показывает (Рис 2), что через 400мин исходный металл в ваннах заменен конденсатом продуктов дистилляции. Содержание свинца в сливе испарительных тарелей снижается до 0,3% за счет накопления олова.

Рис. 2. Кинетика изменения состава ванн барометрических труб вакуумного аппарата в процессе дистилляции сплава

Рис. 3. Распределение висмута по полупродуктам

В ванне барометрической трубы 2 накапливается конденсат более богатый оловом, чем в конденсате барометрической трубы 3. В барометрической трубе 3 стекает конденсат более богатый по висмуту и свинцу (Рис 3). Расчеты по данным опыта показывают, что коэффициент разделения (пары/расплав)

для свинца между 1 и 3 экраном не изменяется. В то же время в установившемся режиме для олова коэффициент разделения (пары/расплав) на 1 экране (что соответствует барометрической трубе 2) в 12 раз выше, чем на экране 3 соединенной сливом с барометрической трубой 3.

Также на экране предпочтительней в 2,7 раза конденсируется сурьма. На экранах 2,3, связанных со сливом в ванну 3 предпочтительней конденсируется висмут с повышенным в 2,5 раза коэффициентом разделения пар/расплав.

Опыты показали эффективность работы вакуумного аппарата с получением PbBi-конденсата (слив 3 в табл 1) и обратного промпродукта (слив 3) с предпочтительным содержанием олова.

Рис. 4. Фото вакуумного аппарата при монтаже на фирме Италии

Производительность аппарата по загрузке 66 кг\час вполне обеспечивает переработку отходов сплава при небольшом их объеме. Поэтому подобный аппарат по контракту поставлен итальянской фирме (Фото 4).

Производительность аппарата по выводу свинцово висмутового конденсата - 14,4 кг\час. Расход электроэнергии на единицу вывода конденсата составляет 3,25 квтч\кг.

Выводы: С целью выделения висмута из свинцово-оловянных сплавов разработан компактный аппарат непрерывной вакуумной дистилляции свинцово-оловянных сплавов производительностью 60кг\час. Проведено испытание вакуумного аппарата с отдельной конденсацией паров. Показана эффективность отдельного выделения свинцово висмутового конденсата от обратного промежуточного продукта обогащенного оловом с сурьмой.

Список используемых источников:

1. Арзамасцев Ю.С., Дьяков В.Е., Семенов А.Е., Сутурин С.Н. Новые процессы рафинирования олова, ЦНИИЦветметэкономика. 1980. Вып. 5. С. 38.
2. Diakov V., Oputin V., Dugelny A. Vacuum device to refine tin // 44-th World exhibition of invention, research and industrial innovation. Brussels. 1995. P. 196.

3. Лебедев И.С., Дьяков В.Е., Терехенин А.Н. Комплексная металлургия олова. Новосибирск: Сов. писатель, 2004. 548 с.

4. Дьяков В.Е., Рубан А.А. Пат России №2088681. Вакуумный аппарат рафинирования оловянных сплавов. Опубл. 10.06.97. Бу №24-1997. С. 341.

© 2016, Дьяков В.Е.

Вакуумный аппарат для очистки отходов свинцово-оловянных сплавов от висмута

© 2016, Dyakov V.E.

Vacuum purification machine for waste lead-tin alloys of bismuth