

高砷焊锡真空蒸馏脱铅砷^①

丘克强 李晓勇 戴永年

(昆明工学院冶金系, 昆明 650093)

摘 要

研究了真空蒸馏法处理高砷焊锡, 探讨了温度、真空度和蒸馏时间对蒸馏过程的影响。结果表明: 在温度为 1 151 ℃, 真空度为 13.33~26.66 Pa, 蒸馏时间为 60 min 的条件下, 脱砷率达 94.09%, 脱铅率超过 99%, 所得粗锡的含锡量在 98 wt.-% 以上。

关键词: 铅 砷 焊锡 真空蒸馏 真空度

铅锡合金真空蒸馏技术于本世纪七十年代取代传统的焊锡电解工艺以来, 显示了极大的优越性。但近年来我国锡精矿品位下降, 杂质砷含量明显升高, 给真空分离带来了进料难、料管结块、停炉检修频繁等新问题, 因此, 研究高砷焊锡真空蒸馏的规律, 为解决生产困难提供理论依据, 实属当务之急。

目前, 冶炼厂常用的除砷方法有离心法、熔(凝)析法和加铝法等。它们都存在劳动强度大、流程复杂、金属回收率低或产生砷化物污染环境等缺点; 唯独真空处理高砷焊锡具有能克服上述缺点, 并可视需要将砷以铅砷合金或元素砷的形式回收, 既消除砷害, 又优化劳动条件等优点。可见, 探索真空处理高砷焊锡的可行性, 有重要的意义。

1 实验方法与原料

本实验在小型真空炉系统中完成, 采用硅整流器调整供电, 铂铑-铂热电偶测温, 旋片真空泵抽真空, 麦氏真空规测真空度, 微型针阀调节真空度, 高纯氩气作保护气体。

实验用高砷焊锡含铅为 55.92 wt.-%, 锡 37.71 wt.-%, 砷 1.72 wt.-%。可近似看成

Sn-Pb-As 三元合金。

2 实验结果与讨论

2.1 温度对真空蒸馏过程的影响

试验用料为 30 g, 设定真空度为 13.33~26.66 Pa, 蒸馏时间为 60 min, 考察温度变化的影响, 实验结果如图 1~3 所示。

图 1~2 表明, 随温度的升高, 残留物(粗

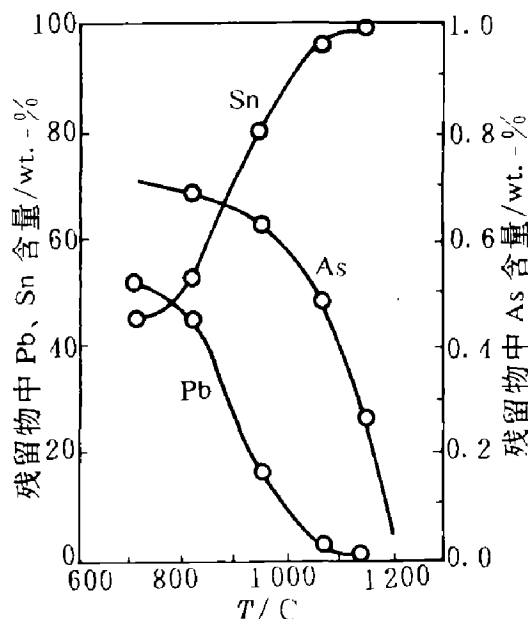


图 1 残留物含锡、铅、砷与温度 T 的关系

① 于 1992 年 12 月 15 日收到初稿

锡)含铅砷明显降低。温度为 1 068 ℃时,残留物中含铅 0.43 wt.-%,含砷 0.48 wt.-%,含锡 96.8 wt.-%,脱铅率为 99.7%,脱砷率为 89.23%;当温度为 1 151 ℃时,粗锡含铅为 0.058 wt.-%,含砷为 0.27 wt.-%,含锡为 98.43wt.-%。此时,铅被除去了 99.96%,砷被除去了 94.09%。铅、砷的挥发率明显地受温度影响,且温度对铅挥发率的影响大于对砷挥发率的影响。当温度低于 930 ℃时,砷的挥发率远大于铅的挥发率;但当温度高于 930 ℃

后,铅的挥发率超过了砷的挥发率。从图 3 看出,铅和砷的挥发速率也随温度的升高而明显增大。在相同的温度下,砷的挥发速率总是小于铅的挥发速率,这是因为原料中含砷量远小于含铅量。此外,从图 1 中还可发现:当温度低于 1 068 ℃时,残留物含铅量远大于含砷量,即铅与锡分离的效果远不及砷与锡的分离效果;但当温度等于或高于 1 068 ℃时,残留物含铅量接近或少于含砷量,即铅与锡较砷与锡的分离效果好(尽管原料中铅的含量远远高于砷的含量)。

2.2 真空度对蒸馏过程的影响

取原料 30 g,温度为 817 ℃,蒸馏时间为 75 min,考察真空度变化的影响,实验结果如图 4~6 所示。

从图 4~6 知,残留物铅、砷的含量随着真空度升高而降低,并且当真空度高于 66.65 Pa 时,脱铅、砷的效果明显改善;铅、砷的挥发

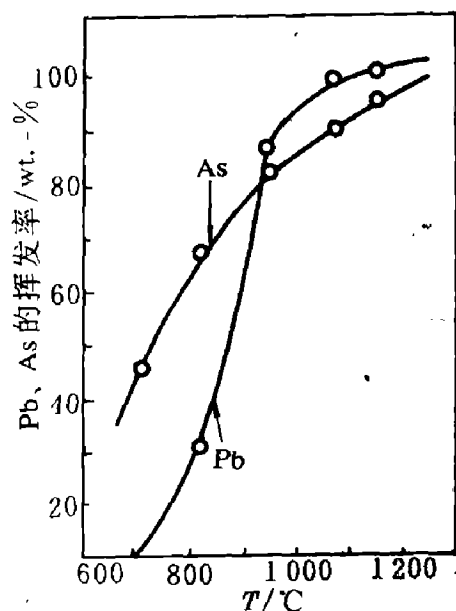


图2 铅、砷的挥发率与温度 T 的关系

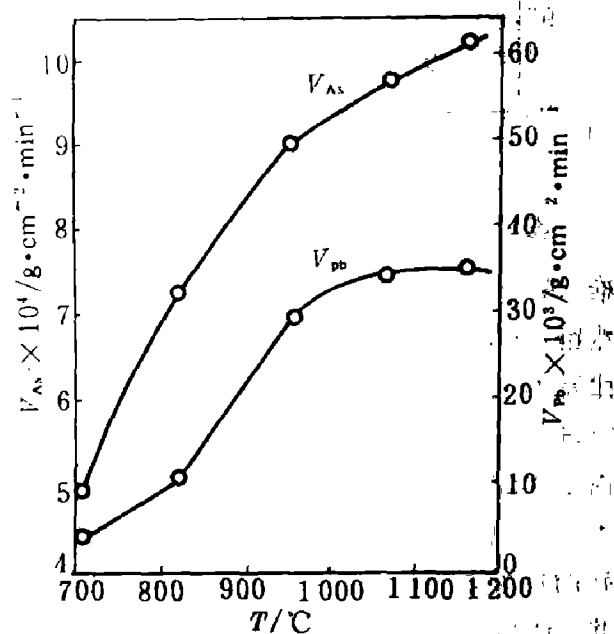


图3 砷、铅的挥发速率(V)与温度(T)的关系

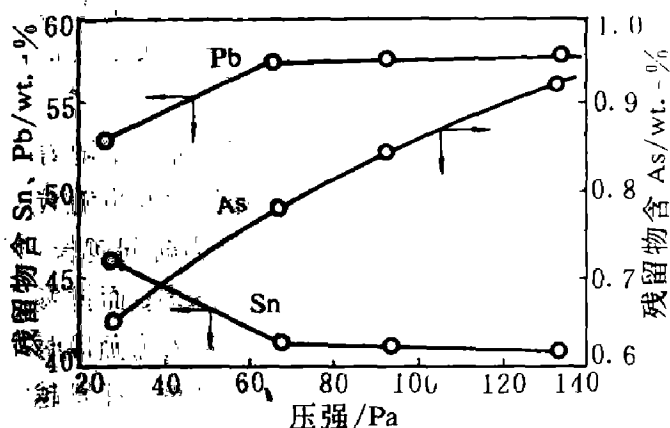


图4 残留物中锡、铅、砷的含量与真空度的关系

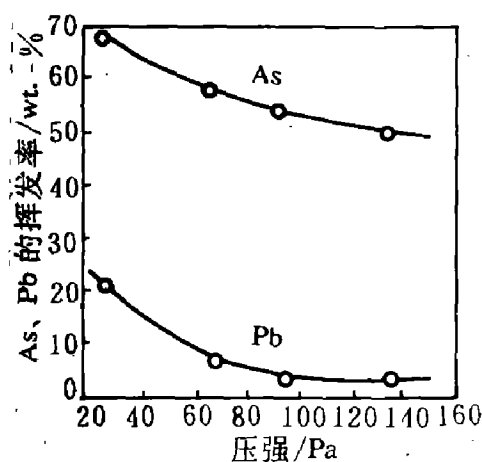


图5 铅、砷的挥发率与真空度的关系

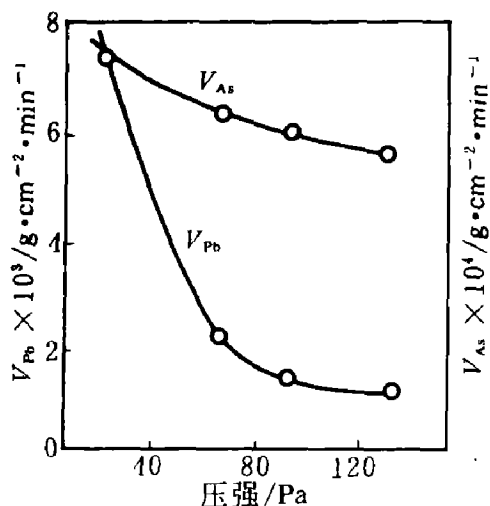


图6 铅、砷的挥发速率与真空度的关系

率和挥发速率在真空度高于 66.65 Pa 时增大较快。所以,在生产过程中,设备的真空度应选择在 66.65 Pa 以上,以便得到较好的产品和较高的生产能力。

2.3 时间对蒸馏过程的影响

取原料 30 g,温度为 1 068 ℃,真空度为 13.33~26.66 Pa,考察蒸馏时间的影响,所得结果如图 7~10 所示。

从图 7~10 知,残留物中铅、砷含量随着蒸馏时间的延长而下降。铅、砷的挥发率随着蒸馏时间的延长而提高,这是因为时间越长,从熔体内挥发出的铅、砷绝对量越多;而挥发速率却随时间的延长而下降,这是因为蒸馏时间越长,铅、砷在熔体内的含量越低,挥发越

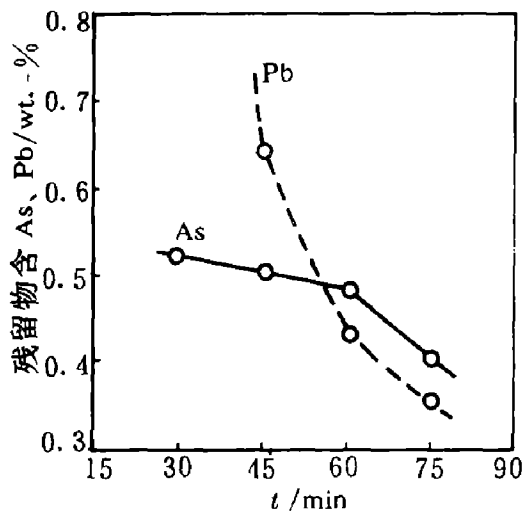


图7 残留物含铅、砷与蒸馏时间(t)的关系

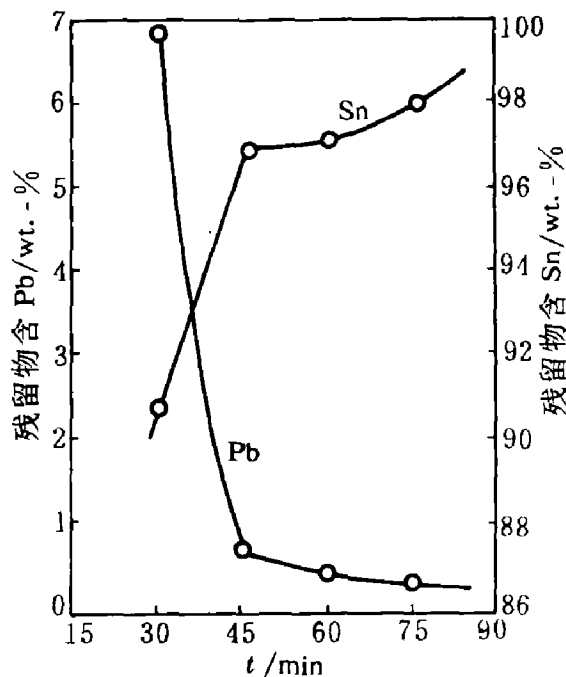


图8 残留物含锡、铅与蒸馏时间(t)的关系

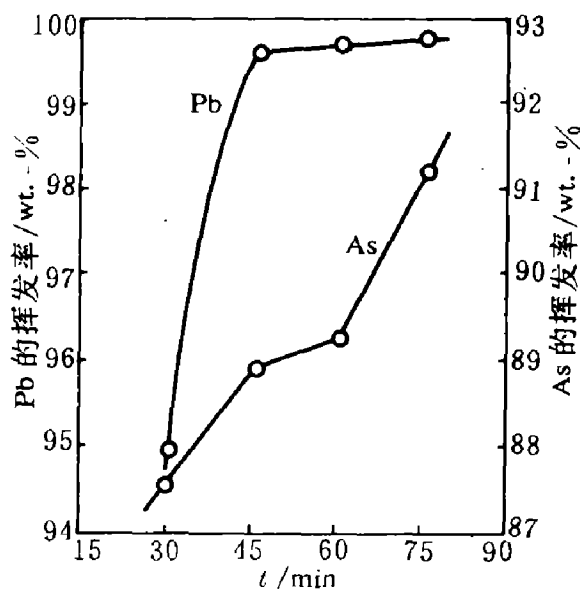


图9 砷、铅挥发率与蒸馏时间(t)的关系

难,单位时间内得到的平均挥发量就降低。虽然铅、砷的挥发率和挥发速率随时间的变化规律基本上相同,但亦有所区别。在本实验的真空度和蒸馏温度下铅的挥发率在 30~45 min 内变化较大,在 45~75 min 后变化减弱,这是因为铅的挥发在 30~45 min 已接近完全;而砷的挥发需 60~75 min 才有较快的提高。因此,适当延长蒸馏时间对彻底脱砷有利,在所有的实验条件下,锡由于蒸气压远小于铅与砷

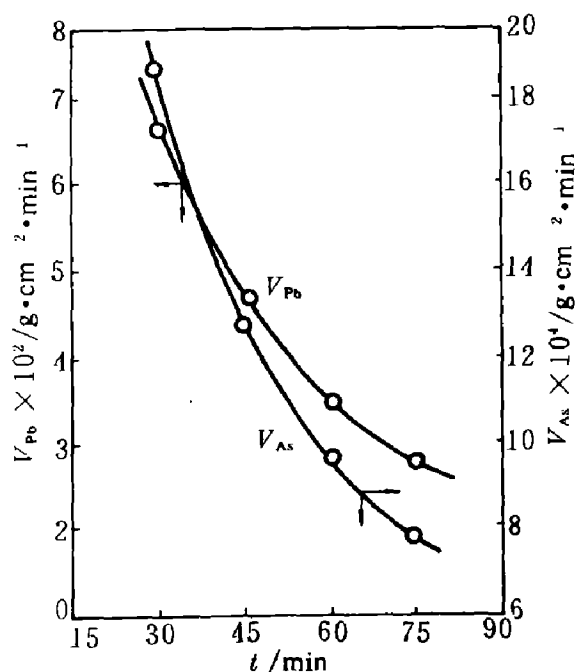


图 10 砷、铅挥发速率与蒸馏时间(t)的关系

而接近不挥发。图 2、5、9 中锡的变化规律实际上并不是自身挥发引起的,而是由其他两个

组元变化所造成的。

3 结 论

(1)实验表明,温度、真空度和蒸馏时间对高砷焊锡脱铅砷明显有影响,并且温度影响最显著。当温度一定时,选择尽可能高的真空度和较长的蒸馏时间对高砷焊锡处理有利。

(2)当温度为 1151°C ,真空度为 $13.33\sim 26.66\text{ Pa}$,蒸馏时间为 60 min 时,脱铅率达 99.96% ,脱砷率达 94.09% ,铅、砷的挥发速率分别为 $3.48\times 10^{-2}\text{ g/cm}^2\cdot\text{min}$,所产出的粗锡含 Sn 达 98% 以上。

(3)用真空蒸馏方法处理高砷焊锡是可行的。根据本研所得到的规律,对原有工业炉型适当改造,并制定新的生产控制条件,真空分离焊锡技术仍有很好的工业应用前景。

(上接第 25 页)

铅、铋、银同时进入浸出液中;虽然在低浓度三氯化铁条件下,对黄铜矿等硫化物的总浸出率可能低一些,但具有晶体结构的矿物的溶解过程一般是按先顶、次棱、后面的顺序进行,所以早期浸出的铜仍然较多。之所以没有大量

铜和银进入过滤出来的浸出液中,是因为在浸出后期,由于 Fe^{3+} 和 Cl^{-} 浓度太低,产生了 Ag_2S 、 CuS 次生沉淀,并附着在残留方铅矿表面,从而在过滤时保留在残渣之中。