

دانشگاه سمنان

دانشکده مهندسی مواد

دستور کار آزمایشگاه

تولید فلزات ۱

اساتید:

دکتر حسن کوهستانی

دکتر بهروز قاسمی

زمستان ۱۳۹۸

قوانین و ضوابط آزمایشگاه

هدف از آزمایشگاه تولید فلزات ۱، آشنایی دانشجویان با عملیات آماده سازی مواد اولیه، تولید و تصفیه فلزات آهنی و غیرآهنی می‌باشد. عملیات آماده سازی مواد اولیه یا تغلیظ خاکه، توسط روش‌های مختلف مکانیکی، فیزیکی و شیمیایی انجام می‌شود که در نهایت کنسانتره با عیار بالاتر حاصل می‌گردد. در بخش تولید و تصفیه فلزات، انواع فرآیندهای پیرومتالورژی و هیدرومتالورژی وجود دارد که هر کدام، از تجهیزات خاصی استفاده می‌کنند.

بنابراین با توجه به اینکه از مواد شیمیایی، تجهیزات خریداری و کوره‌های مختلفی استفاده می‌شود لازم است در راستای حفظ سلامت افراد و استفاده صحیح از تجهیزات، موارد ذیل توسط همه افراد رعایت گردد:

- حضور در آزمایشگاه رأس ساعت تعیین شده تا پایان کلاس الزامیست.
- همراه داشتن روپوش کار و استفاده از تجهیزات ایمنی در آزمایشگاه الزامیست.
- در آزمایشگاه و مخصوصاً حین انجام آزمایش رعایت نظم الزامیست.
- از خوردن، نوشیدن و ... در محیط آزمایشگاه جداً پرهیز نمایید.
- پس از استفاده از تجهیزات آزمایشگاه، آنها را به دقت تمیز کرده و در محل تعیین شده قرار دهید.
- مطالعه جزوه و دستور کار پیش از ورود به آزمایشگاه لازم است.
- هنگام کار در آزمایشگاه موظف به رعایت کلیه مقررات اعلام شده هستید. چنانچه دانشجویی سهواً یا عمدتاً مقررات ایمنی آزمایشگاه را نادیده بگیرد، به شدت مؤاخذه می‌شود و در صورت تکرار از ادامه کار در آزمایشگاه محروم می‌گردد.
- از دست زدن به وسایل و مواد آزمایشگاه بدون هماهنگی با مسئول آزمایشگاه یا استاد مربوط، جداً خودداری نمایید.

فهرست آزمایش‌ها:

۱. آشنایی با روش‌های تغلیظ مواد معدنی
۲. تکلیس
۳. تشویه
۴. احیای کربوترمیک کنسانتره سرب
۵. گندله سازی
۶. حل سازی کنسانتره
۷. الکترولیچینگ
۸. استخراج حلالی (SX)
۹. الکترووینینگ
۱۰. تصفیه الکتریکی

آشنایی با روش‌های تغلیظ مواد معدنی

هدف: آشنایی با تجهیزات خردایش (سنگ شکن و آسیا)، آشنایی با روش‌های تغلیظ مواد معدنی (فلوتاسیون، هیدروسیکلون، میز لرزان و ...) و نحوه بررسی عملکرد هر کدام

مقدمه: تمام مواد معدنی که در اختیار بشر است، به طریقی از گوسته زمین استخراج می‌شوند. عناصر مختلفی از این مواد معدنی قابل استحصال هستند. با این وجود، امروزه عمدتاً هیچ کانی به همان صورت که استخراج می‌شود برای تبدیل به یک محصول نهایی، مناسب نیست و از این رو احتیاج به آماده سازی دارد. آماده سازی توسط روش‌های فیزیکی به عنوان "کانه آرابی" و یا "تغلیظ" مطرح می‌شوند. درک بیشتر از مراحل مختلف کانه آرابی و جزئیات مربوط به روش‌های مختلف در هر مرحله می‌تواند بسیار مهم باشد. لذا در این آزمایش از مراحل مختلف کانه آرابی مانند خردایش، دانه بندی و تغلیظ، روش‌هایی معرفی می‌گردد.

مواد و تجهیزات مورد نیاز: سنگ آهن، سنگ کوارتز، سنگ شکن، آسیا همراه با گلوله و میله، الک با مش‌های مختلف، هیدروسیکلون، فلوتاسیون به همراه مواد شیمیایی لازم

روش آزمایش: ابتدا سنگ کوارتز و سنگ آهن به ابعاد مناسب انتخاب و توسط سنگ شکن چکشی موجود در آزمایشگاه خرد می‌شود. سپس قبل از آسیا، خروجی سنگ شکن توسط الک‌های آزمایشگاهی الک و دانه بندی می‌گردد. برای بررسی بهتر فرآیند آسیا، از ذراتی با اندازه مشخص استفاده می‌شود. در ادامه خردایش، ذرات در آسیای استوانه‌ای و توسط آسیاگرهای مختلف (انواع گلوله و میله) خرد می‌گردد. با دانه بندی محصول، بازده خردایش آسیا بررسی می‌گردد. در ادامه با استفاده از دستگاه هیدروسیکلون دانه بندی ذرات ریز انجام می‌شود. ذرات سنگ آهن با ابعاد مشخص توسط فلوتاسیون تغلیظ می‌گردد.

تکلیس

هدف: بررسی تأثیر دو عوامل مختلف بر سرعت و میزان تکلیس کربناتها

مقدمه: جهت استحصال عناصر مختلف از خاکه‌های معدنی، عملیات تکمیلی آماده سازی از جمله تکلیس و تشویه انجام می‌شود. البته این دو فرآیند معمولاً برای ترکیبات خاص و دلایل خاصی به کار می‌روند.

به هر واکنش تجزیه حرارتی که طی آن یک جامد به جامد جدید و یک گاز تبدیل شود تکلیس گویند. فرآیند تکلیس شامل جدا کردن آب، دی اکسید کربن یا گازهای دیگر است که با پیوند شیمیایی در ترکیبهایی مانند هیدرات‌ها یا کربنات‌ها وجود دارد. در مورد تکلیس کربنات کلسیم واکنش به صورت زیر انجام می‌شود:



در حقیقت تکلیس نوعی فعل و انفعال شیمیایی در اثر اعمال حرارت است. واضح است که تکلیس یک فرآیند گرماگیر است زیرا در آن پیوندها شکسته می‌شوند و از خشک کردن گرماگیرتر است.

عوامل مختلفی بر سینتیک تکلیس مؤثرند مانند دما، زمان، فشار کل، اندازه ذرات، تخلخل و تلاطم. هر کدام از این عوامل اثرات متفاوتی بر تکلیس ایجاد می‌کنند که از طریق آنالیز حرارتی قابل بررسی می‌باشند.

در کاربردهای صنعتی از کوره‌های مختلفی برای تکلیس استفاده می‌شود. کارآمدترین آنها کوره استوانه‌ای می‌باشد که برای سوزاندن سنگ آهک درشت بکار می‌رود. از کوره دوار برای مواد یکنواخت با اندازه ذرات ریز استفاده می‌شود. در این آزمایش سعی بر آنست که تأثیر دو عامل زمان و دما بر فرآیند تکلیس بررسی گردد. این مسأله از طریق تعیین اختلاف وزنی نمونه‌ها و محاسبه درصد تکلیس هر نمونه نتیجه می‌شود.

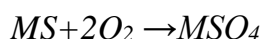
مواد و تجهیزات مورد نیاز: سنگ آهک، دولومیت، الک با مش‌های مختلف، انواع بوته سرامیکی، کوره، ترازو دو رقم اعشار

روش آزمایش: تعدادی نمونه از ذرات آهک (کربنات کلسیم) در بوته یا قایقک سرامیکی ریخته و بعد از مشخص کردن وزن آهک در هر بوته، نمونه‌ها در کوره‌ای با درجه حرارت 600°C قرار می‌گیرد. بعد از گذشت زمانهای ۱۰، ۲۰، ۳۰ و ۴۰ دقیقه یک نمونه از کوره خارج و بعد از سرد شدن وزن کرده و درصد تکلیس نمونه محاسبه می‌شود. این پروسه برای دماهای 700°C ، 800°C و 900°C نیز تکرار می‌شود.

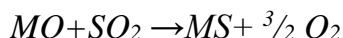
تشویه

هدف: تشویه سنگ معدن سولفیدی، تبدیل آن به اکسید فلز و بررسی پارامترهای مؤثر

مقدمه: از آنجایی که عمل استخراج بسیاری از فلزات از کانه‌های سولفیدی صورت می‌گیرد فرآیند تشویه اهمیت بسیار زیادی پیدا خواهد کرد. در حالت کلی تشویه عبارتست از حرارت دادن سنگ معدن در یک محیط اکسیدی تا درجه حرارت زینتر بطوریکه ذوب نشود. یا به عبارت دیگر تشویه عبارتست از سیستم فلز-اکسیژن-گوگرد در دمای بالا. هدف اصلی از تشویه تبدیل ترکیبات سولفیدی به ترکیبات قابل استفاده در متالورژی استخراجی است. فرمول کلی فرآیند تشویه برای یک سولفید فلزی می‌تواند به فرم زیر باشد:



تبادل میان سولفید و اکسید فلز نیز به فرم زیر می‌باشد:



انواع مختلف تشویه وجود دارد که بعضی از آنها عبارتند از تشویه اکسیدی (جزئی و کامل)، تشویه کلریدی، تشویه سولفاتی و ...

مواد و تجهیزات مورد نیاز: سنگ آهک، دولومیت، کنسانتره سولفیدی سرب، الک با مش‌های مختلف، انواع بوته قایقی و فنجان‌ی، کوره، ترازو دو رقم اعشار

روش آزمایش: تعدادی نمونه از خاکه سولفیدی (سولفید سرب- گالن) در بوته یا قایقک سرامیکی ریخته و بعد از مشخص کردن وزن اولیه در هر بوته، نمونه‌های فوق در کوره‌ای با درجه حرارت $700^{\circ}C$ قرار می‌گیرند. بعد از گذشت زمانهای ۱۰، ۲۰ و ۳۰ دقیقه یک نمونه از کوره خارج و بعد از سرد شدن وزن کرده و میزان تغییر وزن نمونه محاسبه می‌شود.

این پروسه برای دمای $800^{\circ}C$ نیز تکرار می‌شود.

احیای کربوترمیک کنسانتره سرب

هدف: بررسی احیای سنگ معدن سرب به روش کربوترمیک در دماهای مختلف و اثر آهک بر فرآیند احیا

مقدمه: کانه‌های حاوی سرب به دو دسته اکسیدی و سولفیدی تقسیم می‌شوند. بیش از ۹۰٪ تولید سرب جهان از کانی سولفیدی گالنا (PbS) می‌باشد. استخراج سرب از آن به روش پیرومتالورژی انجام می‌شود، زیرا سرب نقطه ذوب پایینی دارند و پروسه حرارتی بهتر انجام خواهد شد. تولید سرب به روش پیرومتالورژی به طور کلی با روش‌های غیر مستقیم و روش‌های مستقیم انجام می‌گیرد. در روش‌های مستقیم مواد کانی قبل از بارریزی به کوره‌ها به منظور انجام ذوب به عملیات جانبی مانند تشویه، تکلیس و کلوخه سازی نیاز دارند. روش غیرمستقیم را می‌توان به دو روش زیر انجام نمود:

- ذوب و احیا در کوره بلند

- ذوب و احیا در کوره امپریال

امروزه روش‌های مستقیم برای استخراج از خاکه‌های سولفیدی بیشتر مورد توجه بوده است. در چنین حالتی انرژی لازم برای ذوب از واکنش‌های حرارت‌زا تأمین می‌گردد. بنابراین این روش‌های مزایایی با ارزشی نسبت به روش‌های غیرمستقیم هستند. از جمله این مزایا می‌توان به هزینه فرآیندی پایین، نیاز به تجهیزات ساده‌تر، حذف عملیات جانبی، حذف کک و ... اشاره نمود.

مواد و تجهیزات مورد نیاز: کنسانتره پودر سرب، کک، آهک، ترازو، بوته، انبر، کوره دما بالا

روش آزمایش: دو نمونه کنسانتره سرب (گالنا حاوی ۲۰٪ سرب) به وزن ۵۰ گرم به همراه ۱۰ گرم کک تهیه می‌شود. به یکی از آنها مقدار ۱۰ گرم آهک اضافه می‌شود. نمونه‌ها به مدت یک ساعت در کوره با دمای ۱۰۰۰°C حرارت داده می‌شود. سپس مذاب حاصل به داخل ظرفی ریخته می‌شود. پس از سرد شدن سرباره و مذاب را از هم جدا کرده، مشاهدات و مقدار سرب حاصل یادداشت می‌شود.

گندله سازی

هدف: آشنایی با فرآیند گندله سازی و بررسی عوامل مؤثر بر خواص گندله‌های آهن

مقدمه: سنگ معدن‌های آهن که از منابع مختلف بصورت پودر ریز بدست آمده است به علت خطرات و اشکالات احتمالی که در کوره به هنگام ذوب بوجود می‌آورند مستقیماً به کوره تغذیه نمی‌شوند. این ذرات قابلیت عبور گاز احیاء کننده را از بین شارژ کم می‌کند در نتیجه عمل احیاء که در اثر این گاز رخ می‌دهد به خوبی انجام نمی‌شود. ممکن است در اثر بهم چسبیدن ذرات در شکم کوره مانعی برای پایین آمدن شارژ ایجاد شود، لذا در صنعت این ذرات ریز را آگلومره می‌کنند.

یکی از انواع روش‌های آگلومراسیون، گندله سازی (پلت سازی pelletizing) می‌باشد که شامل مراحل زیر است:

الف) تولید گندله خام: ساختن گندله خام به وسیله بشکه یا دیسک انجام می‌شود. ذرات پودری به همراه آب و چسب در دستگاه ریخته شده و با چرخش آن، گلوله‌هایی به قطر بین ۴ تا ۲۰ میلیمتر بدست می‌آید.

ب) پخت گندله: گندله‌های خام استحکام کافی ندارند و در اثر حمل و نقل و بارگیری کوره ممکن است تخریب شوند، بنابراین با حرارت دادن استحکام گندله‌ها افزایش داده می‌شود.

گندله‌های حاصل باید خواص مهمی را داشته باشند که این خواص را به دو دسته فیزیکی (مقاومت به خردایش و سایش، استحکام فشاری، تخلخل و اندازه) و خواص شیمیایی (ترکیب شیمیایی و قابلیت احیاء) تقسیم نمود.

مواد و تجهیزات مورد نیاز: کنسانتره پودر سرب، کک، آهک، ترازو، بوته، انبر، کوره دما بالا

روش آزمایش: در دو مرحله انجام می‌گیرد:

۱. **تولید گندله خام:** مقداری کنسانتره خاکه آهن (۵۰۰ گرم) به صورت پودر با مقداری چسب بنتونیت (حدود ۵ تا ۱۲/۵ درصد) خوب مخلوط می‌شود. مخلوط کم کم به داخل دستگاه دیسک گندله ساز ریخته و به مدت ۲۰ دقیقه چرخش می‌کند. در طول مدت چرخش دستگاه، به میزان ۱۵ تا ۲۰ درصد آب بصورت اسپری به آن اضافه می‌شود.

۲. **پخت گندله:** مقداری گندله خام در کوره با دمای 500°C به مدت ۳۰ دقیقه قرار داده می‌شود. سپس گندله‌ها سرد می‌شود.

در نهایت خواص مکانیکی (استحکام فشاری) گندله‌ها تعیین می‌گردد.

حل سازی کنسانتره

هدف: بررسی عوامل سرعت همزدن، غلظت اکسیدان، اندازه دانه و دما بر حل سازی کنسانتره مولیبدنیت

مقدمه: حل سازی یا لیچینگ (Leaching) فرایندی است که طی آن ماده‌ای مشخص، به وسیله حلال از ماده جامد جداسازی می‌شود. این فرایند جزو روش‌های هیدرومتالورژی در استخراج فلزات است. لیچینگ، خود به انواع لیچینگ مخزنی، لیچینگ درجا، لیچینگ ستونی، لیچینگ دامپ و لیچینگ توده‌ای تقسیم می‌گردد. حلال‌های مورد استفاده به انواع اسیدی یا قلیایی و آلی یا غیرآلی تقسیم می‌شوند. عوامل مختلفی بر فرآیند حل‌سازی اثر می‌گذارند. یکی از این عوامل سرعت همزدن است. با همزدن مخلوط، لایه‌های مرزی از بین رفته و در هر لحظه مرزهای جدید و با ضخامت کمتری بوجود می‌آید و در نتیجه سرعت نفوذ و به تبع آن سرعت انحلال افزایش می‌یابد. عامل دیگر، غلظت ماده اکسیدان است که افزایش غلظت آن می‌تواند باعث افزایش غلظت یون‌های اکسیدی در محلول گردد. این عمل باعث به هم خوردن توازن یونی در محلول شده و در نتیجه بایستی غلظت یون‌های احیایی در محلول افزایش یابد. اندازه دانه، بعنوان عاملی دیگر، مستقیماً روی سطح تماس اجزا اثر می‌گذارد. با ریز شدن ذرات، سطح تماس و درجه آزادی افزایش می‌یابد. دما نیز عامل مهمی است. طبق قانون آرنیوس دما روی سرعت فعل و انفعالات اثر می‌گذارد.

مواد و تجهیزات مورد نیاز: کنسانتره مولیبدنیت (MoS_2)، سود، هیپوکلرید سدیم ($NaOCl$)، همزن مغناطیسی، هیتر، دماسنج، کاغذ صافی، pH متر، آب مقطر، الک، تجهیزات آزمایشگاهی

روش آزمایش: این آزمایش را می‌توان به چهار حالت زیر انجام داد:

۱. **تأثیر سرعت همزدن:** در ابتدا محلولی از هیپوکلرید سدیم، سود، مولیبدنیت و آب تهیه می‌گردد. بعد از تعیین pH اولیه، هر ۵ دقیقه با پیپت ۵ml از محلول (عاری از مولیبدنیت) برداشته و بعد از فیلتر کردن با کاغذ صافی، آنالیز می‌شود. از قبل محلولی مشابه (آب، هیپوکلرید سدیم و سود) تهیه شده و در ازای برداشتن هر نمونه، به محلول اصلی اضافه می‌گردد. در پایان کاغذ صافی را وزن کرده و وزن رسوب باقی‌مانده در پایان آزمایش مشخص می‌شود. آزمایش یک بار بدون همزدن و یک بار با همزدن (۵۰۰ دور در دقیقه) انجام شود. واکنش کلی آزمایش:



۲. تأثیر غلظت ماده اکسیدان: سه غلظت متفاوت از NaOCl را در سه بشر متفاوت بریزید و برای جلوگیری از تشکیل نمک، محلول آب و NaOCl را قطره قطره به محلول مولیبدنیت و سود اضافه کنید. برای تهیه محلول اول NaOH یک نرمال (با توجه به جرم مولی سود و روابط نرمالیته) باید ۶ گرم از آن را در ۱۵۰cc آب حل کنید. محلول دوم به حجم ۱۰۰cc با غلظت‌های ۰/۷mol، ۱/۴mol و ۲/۸mol از NaOCl تهیه می‌شود. مولیبدنیت در محلول اول ریخته شده و همزده می‌شود تا کاملاً تر شود. سپس محلول دوم قطره قطره به آن اضافه می‌گردد. در زمان‌های مختلف نمونه برداری انجام شده و به همان میزان از محلول اولیه به محلول اضافه می‌گردد. دما و pH محلول در زمان‌های مختلف را اندازه‌گیری کنید. پس از پایان آزمایش، محلول را صاف کرده و مولیبدنیت آنرا اندازه‌گیری کنید.

۳. تأثیر اندازه دانه: برای این آزمایش حداقل به دو اندازه دانه متفاوت (۱۴۰ و ۲۳۰ میکرون) نیاز است. حل‌سازی را می‌توان با یا بدون همزدن انجام داد. ابتدا ۱۵۰cc محلول یک مولار NaOH آماده می‌شود. محلول ۱/۴ نرمال از NaOCl به حجم ۱۰۰cc را قطره قطره به محلول اول اضافه می‌گردد. به محلول اولیه نیم گرم مولیبدنیت اضافه شده است. دما و pH محلول در زمان‌های مختلف اندازه‌گیری می‌شود. از محلول به تعداد لازم نمونه برداری می‌شود و هر با به همان میزان محلول جایگزین می‌گردد.

۴. تأثیر دما: ابتدا ۱۵۰cc محلول یک نرمال سود و ۱۰۰cc محلول ۱/۵ نرمال NaOCl تهیه می‌شود. مقدار ۰/۵ گرم مولیبدنیت با مش ۲۳۰ درون محلول سود ریخته و کامل در آن حل می‌شود. دمای محلول تا ۷۵°C افزایش می‌یابد و تا پایان آزمایش ثابت نگهداشته می‌شود. محلول NaOCl با بورت بصورت هر سه ثانیه یک قطره به محلول سود اضافه می‌گردد. هر سه دقیقه مقدار تقریبی ۵ml از محلول برداشته و بعد از فیلتر کردن، برای تعیین مولیبدن محلول آنالیز می‌شود.

الکترولیچینگ

هدف: آشنایی با الکترولیچینگ و بررسی عوامل مؤثر بر آن

مقدمه: تمام واکنش‌های شیمیایی از جمله لیچینگ کانی معدنی، اساساً ماهیت الکتریکی دارند. زیرا الکترون‌ها در تمام انواع پیوندهای شیمیایی دخالت دارند. اما الکتروشیمی بیش از هر چیز پدیده اکسایش-احیا است. فرآیندهای الکتروشیمیایی توسط فعل و انفعالات الکتروشیمیایی بر روی انحلال، در سطح الکتروود تعیین می‌شوند و بستگی به ترکیب و مورفولوژی کانی دارند. در طول این فرآیندها تغییرات سطح با یک ترکیب و مورفولوژی ناهمگن اتفاق می‌افتد که بستگی به فاکتورهای زیادی از جمله پتانسیل اعمال شده، pH، درجه حرارت، غلظت و ماهیت ترکیبات و یون‌های موجود، حضور انواع فازهای جامد فعال شیمیایی و غیره دارد. در فرآیندهای لیچینگ الکتروشیمیایی سرعت انتقال الکترون‌ها به یک واکنش دهنده با غلظت مشخص وابسته است که با تغییر واکنش دهنده دوم (فلز، اکسید، سولفید) تغییر می‌کند.

مواد و تجهیزات مورد نیاز: کنسانتره مولیبدنیت (MoS_2) با مش ۲۳۰ میکرون، سود، ه NaCl، همزن مغناطیسی، هیتر، دماسنج، کاغذ صافی، pH متر، آب مقطر، الک، تجهیزات آزمایشگاهی و الکترولیز

روش آزمایش: ابتدا محلولی از $\text{MoS}_2:\text{NaOH}:\text{NaCl}$ تهیه می‌شود. برای این کار، مقدار معینی از ایت ترکیبات در ۴۰۰ cc آب حل می‌شود. برای سیستم الکترولیز، از دو الکتروود سرب و گرافیت با جریان ۱/۵ آمپر استفاده می‌شود. بعد از ریختن مولیبدنیت با مش ۲۵۰ به داخل محلول، الکتروودها در محلول قرار گرفته و مجموعه روی همزن مغناطیسی قرار می‌گیرد. در زمان‌های مختلف از محلول نمونه‌گیری می‌شود و بعد از فیلتر، محلول آنالیز می‌شود. دما و ولتاژ در زمان‌های مختلف اندازه‌گیری می‌شود. پس از ۷۰ دقیقه آزمایش به پایان می‌رسد.

استخراج حلالی (SX)

هدف: آشنایی با استخراج حلالی و مکانیزم جدایش فلز با حلال آلی

مقدمه: استخراج حلالی (Solvent extraction) یک فرآیند شیمیایی است که در آن فلز در فاز محلول با یک ماده آلی ترکیب شده و یک کمپلکس با ترکیب پیچیده فلزی-آلی تشکیل می‌دهد. بنابراین فاز آبی را ترک کرده و به فاز آلی می‌رود. از مزایای این روش می‌توان به سهولت استفاده، هزینه پایین، بازیابی ترکیبات و انتخاب پذیری بالا اشاره کرد. این روش تاکنون برای فلزات مختلفی از جمله مس، نیکوم، روی، کادمیوم، اورانیوم و غیره انجام شده است. حلال آلی مورد استفاده باید دارای خواص و مشخصاتی از قبیل حل کردن انتخابی، عدم حلالیت در محلول آبی، تهی سازی آسان، ارزانی، جدایش آسان از فاز آبی و غیره باشد. از مهمترین حلال‌ها می‌توان به اترها، الکل‌ها، اسیدهای آلی، آمین‌ها و استرها اشاره نمود.

مواد و تجهیزات مورد نیاز: مواد حاصل از الکترولیچینگ، دماسنج، اسید سولفوریک رقیق، کاغذ صافی، pH متر، آب مقطر، حلال آلی D₂HPA، کروزون، تجهیزات آزمایشگاهی

روش آزمایش: از حلالی آلی D₂HPA که با کروزن رقیق می‌شود استفاده می‌گردد. محلول مورد بررسی نیز، محلول حاصل از آزمایش الکترولیچینگ است که در ابتدا مقدار مولیبدن آن اندازه‌گیری شده است. ابتدا ۱۰cc از آن را به حجم ۱۵۰cc می‌رسانیم تا محلول رقیق شود. یک نمونه دیگر نیز به همین صورت آماده می‌گردد. با چند قطره اسید سولفوریک رقیق، pH یک محلول را به ۹ و دیگری را به ۵ می‌رسانیم. از حلال آلی دو نمونه به حجم ۱۰۰cc (شامل ۸۰cc از D₂HPA و ۲۰cc کروزون) آماده می‌شود. یکی را به محلول اسیدی و دیگری را به محلول قلیایی اضافه می‌کنید. ترکیبات حاصل به مدت ۷۰ دقیقه همزده می‌شود. نمونه‌ها را داخل دکانتور ریخته و صبر می‌کنید تا دو فاز آلی و آبی از یکدیگر جدا شوند. فاز آلی در بالای فاز آبی قرار می‌گیرد. بعد از جدایش، از دو محلول نمونه‌گیری و آنالیز انجام می‌شود.

الکترووینینگ

هدف: رسوب مس موجود در الکترولیت بر روی کاتد و بررسی شرایط مختلف الکترولیز

مقدمه: الکترووینینگ (Electrowinning) یکی از روشهای خالص سازی و استخراج فلزات است که در طی آن محصولی با خلوص بسیار بالا تولید می‌گردد. در الکترووینینگ، یک جریان از آند خنثی که در محلول لیچ حاوی فلز قرار دارد، عبور می‌کند، و در نتیجه بر اساس فرآیند الکترولیز فلز روی کاتد رسوب می‌نماید. فلزات معمول که این فرآیند روی آن‌ها انجام می‌پذیرد عبارتند از: سرب، مس، طلا، نقره، روی، آلومینیم، کروم، کبالت، منگنز، عنصرهای حاکی کمیاب و فلزهای قلیایی. در اینجا هدف، استفاده از الکترولیز برای استخراج فلز مورد نظر از الکترولیت است. برای این منظور کاتد و آند از جنس مواد خنثی انتخاب می‌گردد. محلول الکترولیت در واقع همان محلول لیچینگ حاصل از اعمال فرآیندهای مختلف حلسازی بر خاکه معدنی است.

مواد و تجهیزات مورد نیاز: سولفات مس متبلور، اسید سولفوریک غلیظ، کاغذ صافی، pH متر، آب مقطر، اسید نیتریک رقیق، دستگاه الکترولیز، دماسنج، تجهیزات آزمایشگاهی

روش آزمایش: برای بررسی شرایط الکترولیز مانند شدت جریان، غلظت الکترولیت و pH، آزمایش به سه حالت زیر انجام می‌شود.

الف) محلولی از ۱۹۰CC آب مقطر، ۱۰CC اسید سولفوریک غلیظ و ۷/۵g سولفات مس متبلور تهیه می‌شود. در حین همزدن، کاتد و آند پلاتین رودیوم در داخل آن قرار می‌گیرد. کاتد در داخل آند بوده و به هم نمی‌چسبند. حمام را روشن کرده و دما به ۳۰°C می‌رسد. ولتاژ مربوط به جریان‌های ۱/۵، ۲، ۲/۵ و ۳ آمپر یادداشت می‌گردد. سپس دستگاه خاموش و مقدار مس راسب در کاتد، حل می‌شود. این عمل برای دماهای ۴۰، ۵۰، ۶۰، ۷۰ و ۸۰°C انجام می‌گردد.

ب) محلولی از ۱۹۰CC آب مقطر و ۱۰CC اسید سولفوریک غلیظ تهیه می‌شود. الکترولیز با همان کاتد و آند انجام می‌شود. دمای حمام در ۴۵°C ثابت نگهداشته می‌شود. شدت جریان در یک آمپر تنظیم شده و اختلاف پتانسیل اندازه گیری می‌شود. شش نمونه به وزن‌های ۰/۵، ۰/۵، ۱، ۱، ۲، ۲ گرمی از سولفات مس به محلول اضافه و همزده می‌شود. اختلاف پتانسیل را در درجه حرارت و شدت جریان ثابت اندازه بگیرید.

ج) محلولی از ۱۹۰cc آب مقطر و ۷/۵g سولفات مس متبلور تهیه می‌شود. الکترولیز با همان کاتد و آند انجام می‌شود. دمای حمام در ۴۵°C و شدت جریان در ۱/۵ آمپر ثابت نگهداشته می‌شود. اختلاف پتانسیل اندازه گیری می‌شود. ۲۰cc اسیدسولفوریک ۲ نرمال تهیه شده و ۳cc از آن به محلول اضافه می‌گردد. اختلاف پتانسیل ثبت می‌شود. متناوباً بقیه اسید سولفوریک به محلول اضافه شده و اختلاف پتانسیل یادداشت می‌گردد. در پایان کاتد در اسید نیتریک رقیق بگذارید تا مس راسب حل شود.

تصفیه الکتریکی

هدف: تصفیه الکتریکی مس و آشنایی با نحوه اجرای آن

مقدمه: تصفیه الکتریکی یک نوع استفاده از فرآیند الکترولیز است که هدف آن تصفیه یک فلز یا آلیاژ و افزایش درجه خلوص آن است. برای این منظور، می‌توان فلز یا آلیاژ ناخالص را به عنوان آند و یک ورق خالص از جنس فلز مورد نظر و یا خنثی را به عنوان کاتد در نظر گرفت.

تقریباً تمام مس تولید شده از کانه در جهان، تحت عملیات الکترولیتی قرار می‌گیرد. در واقع تصفیه الکترولیتی شامل جدا کردن مس به طریقه الکتروشیمیایی از آند ناخالص و رسوب ترجیحی مس حل شده به شکل خالص بر روی صفحه نازک کاتد مسی است. کاربرد پتانسیل الکتریکی بین آند مسی (الکتروود مثبت) و کاتد مسی (الکتروود منفی) که هر دو در یک سل حاوی محلول سولفات مس قرار دارند باعث می‌شود مس از آند جدا شده و وارد محلول گردد. الکترون‌های تولید شده از طریق منبع نیرو به طرف کاتد هدایت می‌شوند و کاتیون‌های Cu^{+2} در محلول به طرف الکتروود منفی (کاتد) هدایت می‌شوند. در نهایت الکترون‌ها و یون‌های مس در سطح کاتد با یکدیگر ترکیب شده و مس فلزی روی آن رسوب می‌کند.

مواد و تجهیزات مورد نیاز: دستگاه الکترولیز، الکتروودهای مس، ترازو، ترمومتر، دماسنج.

روش آزمایش: ۲۵۰ cc محلول سولفات مس با غلظت ۱۳۷g/l و اسید سولفوریک ۱۸۰g/l تهیه شد. آند و کاتد به مدت ۵ دقیقه در اتوکلاو قرار داده و سپس به دقت وزن می‌شوند. آنا در محلول قرار می‌گیرند. ابتدا 25°C ، دستگاه با جریان یک آمپر روشن می‌شود و هر ۵ دقیقه درجه حرارت و ولتاژ اندازه‌گیری می‌گردد. پس از ۱۵ دقیقه جریان قطع شده و آند و کاتد خارج می‌شوند. کاتد پس از شستشو در اتوکلاو قرار داده و به دقت وزن می‌گردد. این آزمایش در دماهای ۴۰، ۵۵، ۷۰ و 85°C با شدت جریان یک آمپر تکرار می‌شود.