



(12) 发明专利

(10) 授权公告号 CN 115747510 B

(45) 授权公告日 2024.09.17

(21) 申请号 202211055308.7

(22) 申请日 2022.08.30

(65) 同一申请的已公布的文献号  
申请公布号 CN 115747510 A

(43) 申请公布日 2023.03.07

(73) 专利权人 重庆赛迪热工环保工程技术有限  
公司

地址 401122 重庆市渝北区北部新区赛迪  
路1号

专利权人 中冶赛迪技术研究中心有限公司

(72) 发明人 赵忠宇 郭秀键 田文杰 雍海泉

(74) 专利代理机构 北京同恒源知识产权代理有  
限公司 11275

专利代理师 杨丽芹

(51) Int.Cl.

G22B 19/30 (2006.01)

G22B 19/32 (2006.01)

G22B 9/02 (2006.01)

G22B 9/04 (2006.01)

G22B 9/10 (2006.01)

(56) 对比文件

CN 108677023 A, 2018.10.19

RU 2369650 C1, 2009.10.10

审查员 黄霞

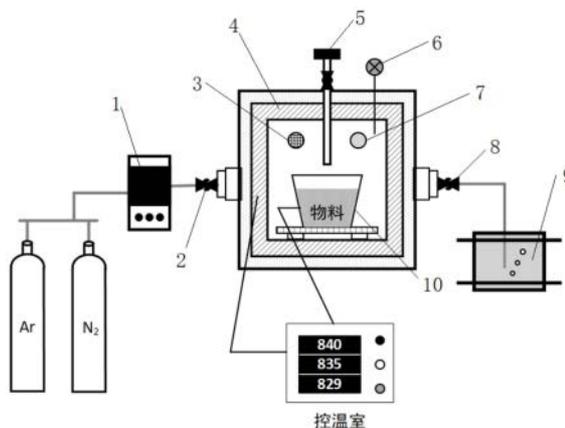
权利要求书1页 说明书5页 附图2页

(54) 发明名称

一种粗锌提纯工艺

(57) 摘要

本发明属于金属提纯技术领域,涉及一种粗  
锌提纯工艺,包括以下步骤:S1:将含锌物料加入  
真空炉内,并将真空炉抽至50Pa以下后,再通入  
保护气将真空炉恢复至常压;S2:待真空炉恢复  
至常压后,在持续通入保护气的同时,开启设在  
真空炉上的排气阀以维持真空炉为常压;S3:将  
真空炉加热至500℃~850℃后保温,使得含锌物  
料熔化并将析出杂质物挥发形成杂质气体,杂质  
气体由排气阀排出;S4:将真空炉保温至所述真  
空炉内压力无波动后,关闭排气阀并停止通入保  
护气,然后取出提纯后的含锌物料。本发明在真  
空条件下基于熔析法实现了含锌物料的快速除  
杂,提升了金属锌的回收率,工序简单且适用性  
强,过程不产生污染物,是一种绿色清洁型粗锌  
提纯工艺。



1. 一种粗锌提纯工艺,其特征在於,提供一种用于粗锌提纯工艺的装置,包括真空炉、洗气池、进料管、压力表以及保护气罐,真空炉的两侧分别设有进气阀和排气阀,所述进气阀连接保护气罐,所述排气阀连接洗气池,所述真空炉上还设有真空阀,所述真空阀连接外界真空泵,所述压力表设置在所述真空炉内,所述真空炉内还设有用于加热的控温室以及用于盛放含锌物料的刚玉坩埚,所述刚玉坩埚位于控温室内,所述进料管位于所述真空炉的顶部且穿过所述真空炉的炉体,并且所述进料管的管体与所述真空炉的炉体之间为密封连接,所述进料管用于向所述刚玉坩埚内添加 $\text{NH}_4\text{Cl}$ ,该工艺包括以下步骤:

S1: 将含锌物料加入放置于真空炉内的刚玉坩埚内,并将所述真空炉抽至50Pa以下后,再通入保护气将所述真空炉恢复至常压;

S2: 待所述真空炉恢复至常压后,在持续通入保护气的同时,开启设在所述真空炉上的排气阀以维持所述真空炉为常压;

S3: 将真空炉加热至 $500^\circ\text{C}\sim 850^\circ\text{C}$ 后保温,使得所述含锌物料熔化并将析出杂质物挥发形成杂质气体,所述杂质气体由排气阀排出,所述杂质气体通过所述排气阀排入外界的酸洗池或水洗池中,经过酸洗或水洗后排放;

S4: 将所述真空炉保温至所述真空炉内压力无波动后,关闭排气阀并停止通入保护气,然后取出提纯后的含锌物料;

向所述含锌物料中加入用于破坏 $\text{ZnO}$ 界面膜结构的 $\text{NH}_4\text{Cl}$ ,使得金属锌充分熔化,并根据所述含锌物料的特性不同,则需要不同的时间段向所述含锌物料中加入 $\text{NH}_4\text{Cl}$ ;

所述含锌物料呈粉状且成分均匀,则需要步骤S1中将所述含锌物料加入真空炉前,将 $\text{NH}_4\text{Cl}$ 加入所述含锌物料并混合均匀,所述含锌物料呈块状或成分不均匀,则需要步骤S3中待所述含锌物料熔化后,再将 $\text{NH}_4\text{Cl}$ 加入所述含锌物料中,且所述 $\text{NH}_4\text{Cl}$ 的质量小于含锌物料质量的0.3%。

2. 根据权利要求1所述的粗锌提纯工艺,其特征在於:步骤S1中,所述含锌物料为含单质锌的固体物,所述含单质锌的固体物包括粗锌粉、锌皮以及锌渣。

3. 根据权利要求1所述的粗锌提纯工艺,其特征在於:步骤S1中,所述保护气为 $\text{N}_2$ 气或Ar气中的一种。

4. 根据权利要求1所述的粗锌提纯工艺,其特征在於:所述真空炉上还设有用于安全预警的放散阀。

5. 根据权利要求1所述的粗锌提纯工艺,其特征在於:步骤S4中,保温时间为20min-40min。

## 一种粗锌提纯工艺

### 技术领域

[0001] 本发明属于金属提纯技术领域,涉及一种粗锌提纯工艺。

### 背景技术

[0002] 在钢铁或有色工业冶炼各工序下通常会生成含多种含锌固体物料,经常规冷却除尘后也会生成含Pb、Zn、Cd等重金属粉尘或炉渣、浸出渣,并且在加工工艺末端也会产生粗锌、锌皮或锌渣,上述冶金固体废弃物均为HW31危险废弃物。

[0003] 针对上述冶金与加工过程产生的含锌物料,现行处置工艺为火法处置工艺,火法处置工艺多是采用直接还原、熔融还原或物理熔分等方式回收有价金属,但在各类资源化利用工艺下大多是以粗锌产品形式富集,杂质含量较高,若采用常规熔析方式会产生部分含锌渣,导致金属回收率低,若采用蒸馏或精馏方式,则对设备要求较高,而且处置成本也相对较高,若采用水洗或浸出等方式则工序较繁琐,且处理过程中会产生二次污染。

[0004] 因此,目前亟需一种工序简单、适应性良好、处置成本低且过程无污染的绿色清洁处置工艺。

### 发明内容

[0005] 有鉴于此,本发明的目的在于提供一种粗锌提纯工艺,通过将粗锌粉或锌渣置于真空炉内并抽真空至50Pa以下,再填充保护气至常压后连续通入保护气,尾气经水洗后排放,然后加热物料至500℃~850℃,实现含锌物料熔化和杂质析出,过程加入NH<sub>4</sub>Cl(0.3%以下)以破坏ZnO膜结构以提升金属Zn的回收率,保温至真空炉炉体压力基本不变后,工艺结束。本工艺在真空条件下基于熔析法实现了粗锌粉或锌渣的快速除杂,并提升了金属锌的回收率,工序简单且适用性强,过程不产生污染物,是一种绿色清洁型粗锌提纯工艺。

[0006] 为达到上述目的,本发明提供如下技术方案:

[0007] 一种粗锌提纯工艺,包括以下步骤:

[0008] S1:将含锌物料加入真空炉内,并将所述真空炉抽至50Pa以下后,再通入保护气将所述真空炉恢复至常压;

[0009] S2:待所述真空炉恢复至常压后,在持续通入保护气的同时,开启设在所述真空炉上的排气阀以维持所述真空炉为常压;

[0010] S3:将真空炉加热至500℃~850℃后保温,使得所述含锌物料熔化并将析出杂质物挥发形成杂质气体,所述杂质气体由排气阀排出;

[0011] S4:将所述真空炉保温至所述真空炉内压力无波动后,关闭排气阀并停止通入保护气,然后取出提纯后的含锌物料。

[0012] 进一步,步骤S1中,所述含锌物料为含单质锌的固体物,所述含单质锌的固体物包括粗锌粉、锌皮以及锌渣。

[0013] 进一步,步骤S1中,所述保护气为N<sub>2</sub>气或Ar气中的一种。

[0014] 进一步,步骤S3中,所述杂质气体通过所述排气阀排入外界的酸洗池或水洗池中,

经过酸洗或水洗后排放。

[0015] 进一步,向所述含锌物料中加入用于破坏ZnO界面膜结构的 $\text{NH}_4\text{Cl}$ ,使得金属锌充分熔化。

[0016] 进一步,根据所述含锌物料的材料特性不同,则需要不同的时间段向所述含锌物料中加入 $\text{NH}_4\text{Cl}$ ;

[0017] 所述含锌物料呈粉状且成分均匀,则需要步骤S1中将所述含锌物料加入真空炉前,将 $\text{NH}_4\text{Cl}$ 加入所述含锌物料并混合均匀,所述含锌物料呈块状或成分不均匀,则需要步骤S3中待所述含锌物料熔化后,再将 $\text{NH}_4\text{Cl}$ 加入所述含锌物料中。

[0018] 进一步,所述 $\text{NH}_4\text{Cl}$ 的质量小于含锌物料质量的0.3%。

[0019] 进一步,步骤S3中,在停止向所述真空炉入保护气之前,需要先关闭排气阀。

[0020] 进一步,所述真空炉上还设有用于安全预警的放散阀。

[0021] 进一步,步骤S4中,保温时间为20min-40min。

[0022] 本发明的有益效果在于:

[0023] 本发明提供一种粗锌提纯工艺,通过将含锌物料置于真空炉内并抽真空至50Pa以下,再填充保护气至常压后连续通入保护气,并开启设置所述真空炉上的排气阀以维持所述真空炉为常压,将真空炉加热至 $500^\circ\text{C} \sim 850^\circ\text{C}$ 后保温,使得所述含锌物料熔化并将析出杂质物挥发形成杂质气体,所述杂质气体由排气阀排出,并向所述含锌物料加入 $\text{NH}_4\text{Cl}$  (0.3%以下)以破坏ZnO膜结构可提升金属Zn的回收率,本工艺在真空条件下基于熔析法实现了粗锌粉或锌渣的快速除杂,并提升了金属锌的回收率,工序简单且适用性强,过程不产生污染物,是一种绿色清洁型粗锌提纯工艺。

[0024] 本发明的其他优点、目标和特征在某种程度上将在随后的说明书中进行阐述,并且在某种程度上,基于对下文的考察研究对本领域技术人员而言将是显而易见的,或者可以从本发明的实践中得到教导。本发明的目标和其他优点可以通过下面的说明书来实现和获得。

## 附图说明

[0025] 为了使本发明的目的、技术方案和优点更加清楚,下面将结合附图对本发明作优选的详细描述,其中:

[0026] 图1为一个实施例中用于粗锌提纯工艺的装置的结构示意图;

[0027] 图2为一个实施例中含锌物料提纯前的SEM下的表面结构图;

[0028] 图3为一个实施例中含锌物料提纯后的SEM下的表面结构图。

[0029] 附图标记:流量计1、进气阀2、真空阀3、真空炉4、进料口5、压力表6、放散阀7、排气阀8、洗气池9、刚玉坩埚10。

## 具体实施方式

[0030] 以下通过特定的具体实例说明本发明的实施方式,本领域技术人员可由本说明书所揭露的内容轻易地了解本发明的其他优点与功效。本发明还可以通过另外不同的具体实施方式加以实施或应用,本说明书中的各项细节也可以基于不同观点与应用,在没有背离本发明的精神下进行各种修饰或改变。需要说明的是,以下实施例中所提供的图示仅以示

意方式说明本发明的基本构想,在不冲突的情况下,以下实施例及实施例中的特征可以相互组合。

[0031] 其中,附图仅用于示例性说明,表示的仅是示意图,而非实物图,不能理解为对本发明的限制;为了更好地说明本发明的实施例,附图某些部件会有省略、放大或缩小,并不代表实际产品的尺寸;对本领域技术人员来说,附图中某些公知结构及其说明可能省略是可以理解的。

[0032] 本发明实施例的附图中相同或相似的标号对应相同或相似的部件;在本发明的描述中,需要理解的是,若有术语“上”、“下”、“左”、“右”、“前”、“后”等指示的方位或位置关系为基于附图所示的方位或位置关系,仅是为了便于描述本发明和简化描述,而不是指示或暗示所指的装置或元件必须具有特定的方位、以特定的方位构造和操作,因此附图中描述位置关系的用语仅用于示例性说明,不能理解为对本发明的限制,对于本领域的普通技术人员而言,可以根据具体情况理解上述术语的具体含义。

[0033] 一种粗锌提纯工艺,包括以下步骤:

[0034] S1:将含锌物料加入真空炉内,并将所述真空炉抽至50Pa以下后,再通入保护气将所述真空炉恢复至常压;

[0035] S2:待所述真空炉恢复至常压后,在持续通入保护气的同时,开启设在所述真空炉上的排气阀以维持所述真空炉为常压;

[0036] S3:将真空炉加热至500°C~850°C后保温,使得所述含锌物料熔化并将析出杂质物挥发形成杂质气体,所述杂质气体由排气阀排出;

[0037] S4:将所述真空炉保温至所述真空炉内压力无波动后,关闭排气阀并停止通入保护气,然后取出提纯后的含锌物料,保温时间通常为20min-40min。

[0038] 进一步,步骤S1中,所述含锌物料为含单质锌的固体物,所述含单质锌的固体物包括粗锌粉、锌皮以及锌渣,所述保护气为N<sub>2</sub>气或Ar气中的一种。

[0039] 进一步,步骤S3中,所述杂质气体通过所述排气阀排入外界的酸洗池或水洗池中,经过酸洗或水洗后排放,并且,在停止向所述真空炉入保护气之前,需要先关闭排气阀

[0040] 进一步,向所述含锌物料中加入用于破坏ZnO界面膜结构的NH<sub>4</sub>Cl,使得金属锌充分熔化,根据所述含锌物料的材质特性不同,则需要不同的时间段向所述含锌物料中加入NH<sub>4</sub>Cl;所述含锌物料呈粉状且成分均匀,则需要步骤S1中将所述含锌物料加入真空炉前,将NH<sub>4</sub>Cl加入所述含锌物料并混合均匀,所述含锌物料呈块状或成分不均匀,则需要步骤S3中待所述含锌物料熔化后,再将NH<sub>4</sub>Cl加入所述含锌物料中;具体的,所述NH<sub>4</sub>Cl的质量小于含锌物料质量的0.3%。

[0041] 具体的,所述真空炉上还设有用于安全预警的放散阀,所述常压为标准大气压。

[0042] 实施例1

[0043] 请参阅图1,本实施例中提供一种用于粗锌提纯工艺的装置,包括真空炉4、洗气池9、进料管、压力表6以及保护气罐,真空炉4的两侧分别设有进气阀2和排气阀8,所述进气阀2连接保护气罐,并且在所述进气阀2与保护气罐之间设有流量计1,所述排气阀8连接洗气池9,所述洗气池9用于处置有排气阀8中排出的杂质气体,所述真空炉4上还设有真空阀3和放散阀7,所述真空阀3连接外界真空泵以实现真空炉4的真空处理,所述放散阀7用于安全预警,避免真空炉4出现压强过大出现安全事故;所述压力表6设置在所述真空炉4内,用

于监控真空炉4内的压强,所述真空炉4内还设有用于加热的控温室以及用于盛放含锌物料的刚玉坩埚10,所述刚玉坩埚10位于控温室内,所述进料管位于所述真空炉4的顶部且穿过所述真空炉4的炉体,并且所述进料管的管体与所述真空炉4的炉体之间为密封连接,所述进料管用于向所述刚玉坩埚10内添加 $\text{NH}_4\text{Cl}$ 。

[0044] 具体的,所述保护气罐为 $\text{N}_2$ 气罐或Ar气罐中的一种。

[0045] 一种粗锌提纯工艺,包括以下步骤:

[0046] 步骤一:将粗锌粉和锌渣混匀后放入刚玉坩埚10,送入真空炉4;

[0047] 步骤二:打开真空阀3,启动真空泵控制真空炉4内真空度在 $10 \sim 20\text{Pa}$ ;

[0048] 步骤三:关闭真空泵和真空阀3,打开Ar气罐和进气阀2,通入保护气,真空炉4恢复至常压,打开排气阀8,真空炉4内的气体经洗气池9排出气体;

[0049] 步骤四:启动控温室,升温至 $750 \sim 850^\circ\text{C}$ ,保温15-20min后,打开进料管向刚玉坩埚10内加入质量为含锌物料质量0.3%的 $\text{NH}_4\text{Cl}$ 试剂,;

[0050] 步骤五:继续保温15-20min后,粗锌粉和锌渣的熔析反应结束,关闭控温室、Ar气罐和所有阀门,冷却至室温后打开放散阀7,取出坩埚。

[0051] 具体的,粗锌粉和锌渣中析出的杂质挥发为杂质气体由排出阀排出。

[0052] 请参阅图2~图3,经SEM-EDS分析,经检测含锌物料提纯前元素的重量百分比和原子百分比如表1,含锌物料提纯后元素的重量百分比和原子百分比如表2,Zn质量分数由86%提升至95%,含锌物料中的杂质成分在洗气池9中捕集,主要为氯化物。

[0053] 表1

元素	重量百分比	原子百分比
O	8.68	26.95
Al	0.58	1.07
Cl	3.51	4.92
K	1.46	1.86
Zn	85.77	65.21

[0055] 表2

元素	重量百分比	原子百分比
O	4.95	17.40
Al	0.28	0.58
Zn	94.77	82.01

[0057] 本实施例中,当通入保护气使真空炉4恢复常压后,开启排气阀8后需持续通入保护气以维持真空炉4内的气体处于动态平衡,并保持真空炉4始终处于保护气的氛围下,避免金属锌被氧化,从而使得杂质气体能够从排气阀8排出(含盐类等杂质)流经水洗/酸洗系统后可安全外排,金属锌能够进一步提纯;通过控制控温室使得真空炉4内的温度处于 $500^\circ\text{C}$ 以上,使含锌物料快速熔化并析出杂质物,形成熔渣,并且保证温度不超过 $900^\circ\text{C}$ ,从而金属锌不会随杂质气体挥发。

[0058] 本实施通过将含锌物料置于真空炉4内并抽真空至 $50\text{Pa}$ 以下,再填充保护气至常压后连续通入保护气,并开启设置所述真空炉4上的排气阀8以维持所述真空炉4为常压,将真空炉4加热至 $500^\circ\text{C} \sim 850^\circ\text{C}$ 后保温,使得所述含锌物料熔化并将析出杂质物挥发形成杂

质气体,所述杂质气体由排气阀8排出,并向所述含锌物料加入 $\text{NH}_4\text{Cl}$  (0.3%以下)以破坏 $\text{ZnO}$ 膜结构可提升金属 $\text{Zn}$ 的回收率,本工艺在真空条件下基于熔析法实现了粗锌粉或锌渣的快速除杂,并提升了金属锌的回收率,工序简单且适用性强,过程不产生污染物,是一种绿色清洁型粗锌提纯工艺。

[0059] 最后说明的是,以上实施例仅用以说明本发明的技术方案而非限制,尽管参照较佳实施例对本发明进行了详细说明,本领域的普通技术人员应当理解,可以对本发明的技术方案进行修改或者等同替换,而不脱离本技术方案的宗旨和范围,其均应涵盖在本发明的权利要求范围当中。

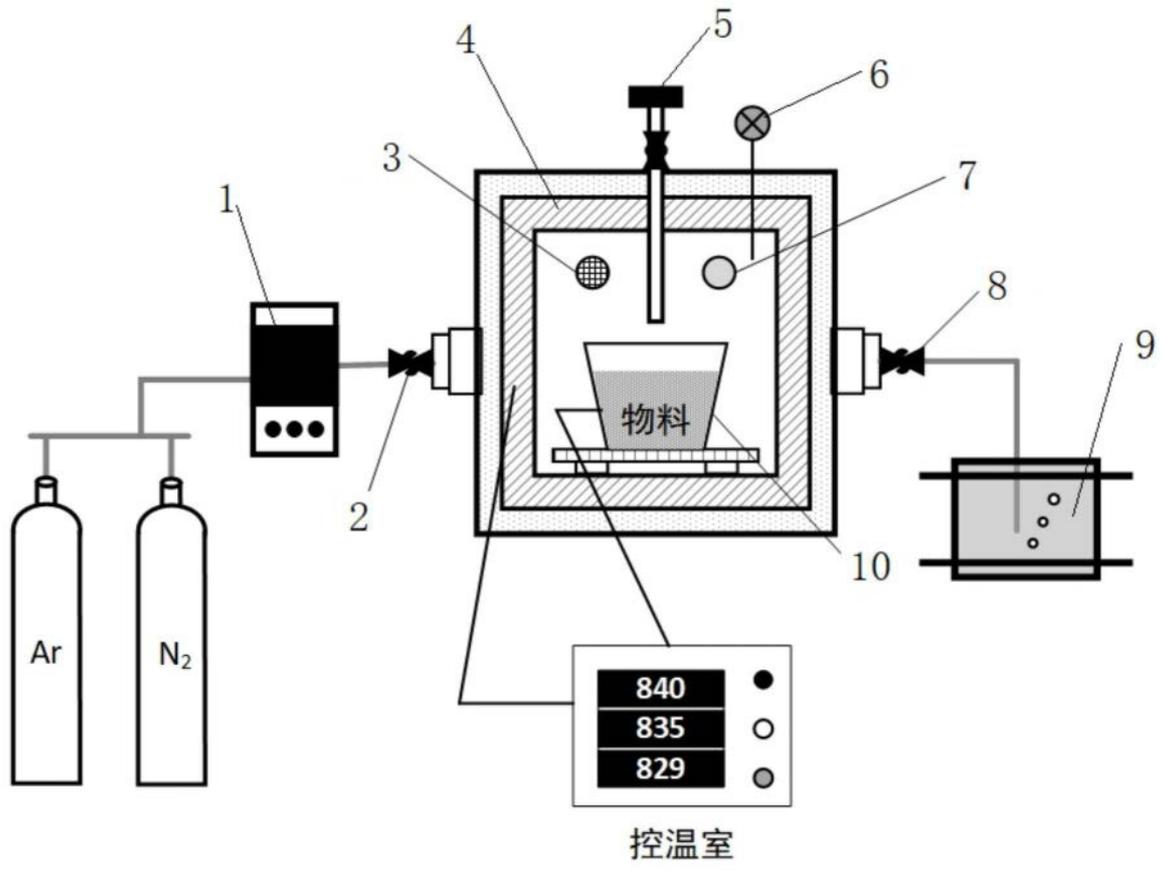


图1

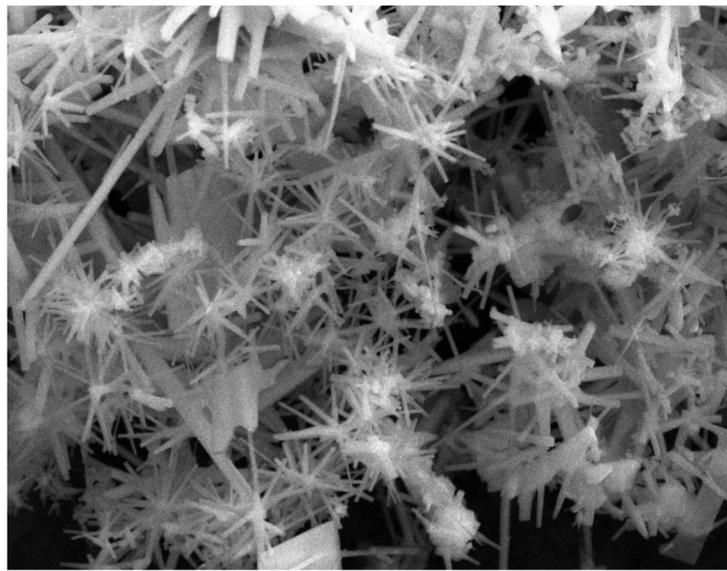


图2

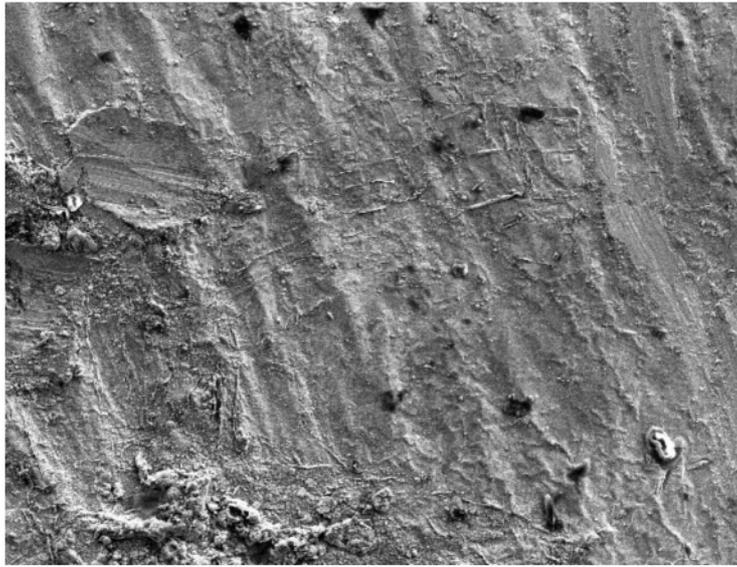


图3