



(12)发明专利申请

(10)申请公布号 CN 106381398 A

(43)申请公布日 2017.02.08

(21)申请号 201610872929.2

(22)申请日 2016.09.30

(71)申请人 西安建筑科技大学

地址 710055 陕西省西安市碑林区雁塔路
13号

(72)发明人 李林波 方钊 刘佰龙 李路路

(74)专利代理机构 西安通大专利代理有限责任
公司 61200

代理人 徐文权

(51) Int. Cl.

C22B 7/02(2006.01)

C22B 58/00(2006.01)

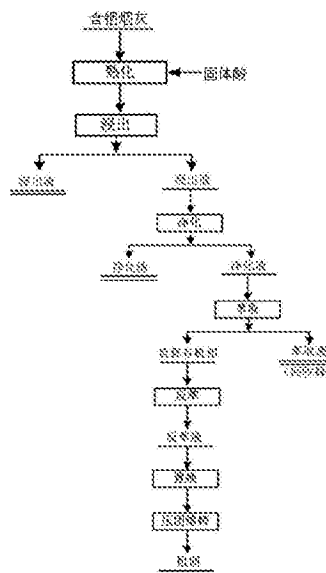
权利要求书1页 说明书5页 附图1页

(54)发明名称

从含铟烟灰回收铟的方法

(57)摘要

本发明属于化工工艺技术领域,具体是从含铟烟灰回收铟的方法。包括以下步骤实现,步骤一,将含铟烟灰与固体酸混合均匀并进行固体酸化焙烧,焙烧过程中,料酸比为0.5~1:2,温度为200℃~300℃,时间为1~2h;步骤二,对固体酸化焙烧产出的焙砂进行浸出,并将浸出液与浸出渣分离;步骤三,对步骤二得到的浸出液进行净化,并将净化液与净化渣分离;步骤四,对步骤三得到的净化液进行萃取,得到萃取液和负载有机相;步骤五,对步骤四得到的负载有机相进行洗脱,再进行反萃得到反萃液;步骤六,对步骤五得到的反萃液进行置换,得到单质铟。本发明的方法对含铟烟灰中的铟的回收率高,避免了铟的流失和浪费。



CN 106381398 A

1. 从含铟烟灰回收铟的方法,其特征在于,包括如下步骤:

步骤一,将含铟烟灰与固体酸混合均匀并进行固体酸化焙烧,焙烧过程中,料酸比为0.5~1:2,温度为200℃~300℃,时间为1~2h;

步骤二,对固体酸化焙烧产出的焙砂进行浸出,浸出完全后将浸出液与浸出渣分离,得到富含铟的浸出液;

步骤三,对步骤二得到的浸出液进行净化,并将净化液与净化渣分离,得到富含铟的净化液;

步骤四,对步骤三得到的净化液进行萃取,得到萃取液和富含铟的负载有机相;

步骤五,对步骤四得到的负载有机相进行洗脱,再进行反萃得到富含铟的反萃液;

步骤六,对步骤五得到的反萃液进行置换,得到单质铟。

2. 根据权利要求1所述的从含铟烟灰回收铟的方法,其特征在于,所述步骤二中,对固体酸化焙烧产出的焙砂进行浸出过程为:向焙砂中加水,在50℃~90℃下水浴搅拌1~2h,其中,水与焙砂的液固比为(4~5):1。

3. 根据权利要求1所述的从含铟烟灰回收铟的方法,其特征在于,所述的步骤三中,用硫化钠或铁粉对步骤二得到的浸出液进行净化。

4. 根据权利要求3所述的从含铟烟灰回收铟的方法,其特征在于,所述的步骤三中,通过硫化钠净化时,加入足量的硫化钠,控制浸出液的酸度为110g/L~150g/L,温度为60℃~70℃,净化过程中充分搅拌;通过铁粉净化时,加入足量的铁粉,温度为60℃~70℃,净化过程中充分搅拌。

5. 根据权利要求1所述的从含铟烟灰回收铟的方法,其特征在于,所述的步骤四中,对步骤三得到的净化液进行萃取过程中,酸度为30~80g/L,相比O/A=1:5~10,萃取剂为P204与磺化煤油的混合液,其中,P204的体积为该混合液体积的10%~30%。

6. 根据权利要求1所述的从含铟烟灰回收铟的方法,其特征在于,所述的步骤五中,通过浓度为1.0mol/L~1.5mol/L的硫酸对步骤四得到的负载有机相进行洗脱。

7. 根据权利要求1所述的从含铟烟灰回收铟的方法,其特征在于,所述的步骤五中,反萃剂为盐酸,反萃时酸度为2mol/L~3mol/L,反萃过程中,通过盐酸进行循环反萃。

8. 根据权利要求1所述的从含铟烟灰回收铟的方法,其特征在于,所述的步骤六中,通过锌或铝对反萃液进行置换。

从含铟烟灰回收铟的方法

【技术领域】

[0001] 本发明属于化工工艺技术领域,具体是从含铟烟灰回收铟的方法。

【背景技术】

[0002] 铟是地壳中含量极少、分布极散的稀有元素,其在自然界中多与性质类似的铅、锌、铜和锡等矿物共生。在铅、锌、铜和锡等冶炼过程中,烟灰中含有0.3%~0.6%的铟,是回收铟的重要原料。所以对含铟烟灰中铟的富集提取过程尤为重要。但目前,对含铟烟灰中铟的回收率不高,造成了铟的流失和浪费。

【发明内容】

[0003] 为解决现有技术中存在的问题,本发明的目的在于提供从含铟烟灰回收铟的方法,该方法对铟烟灰中的铟的回收率高,避免了铟的流失和浪费。

[0004] 本发明采用的技术方案如下:

[0005] 从含铟烟灰回收铟的方法,包括如下步骤:

[0006] 步骤一,将含铟烟灰与固体酸混合均匀并进行固体酸化焙烧,焙烧过程中,料酸比为0.5~1:2,温度为200℃~300℃,时间为1~2h;

[0007] 步骤二,对固体酸化焙烧产出的焙砂进行浸出,浸出完全后将浸出液与浸出渣分离,得到富含铟的浸出液;

[0008] 步骤三,对步骤二得到的浸出液进行净化,并将净化液与净化渣分离,得到富含铟的净化液;

[0009] 步骤四,对步骤三得到的净化液进行萃取,得到萃取液和富含铟的负载有机相;

[0010] 步骤五,对步骤四得到的负载有机相进行洗脱,再进行反萃得到富含铟的反萃液;

[0011] 步骤六,对步骤五得到的反萃液进行置换,得到单质铟。

[0012] 所述步骤二中,对固体酸化焙烧产出的焙砂进行浸出过程为:向焙砂中加水,在50℃~90℃下水浴搅拌1~2h,其中,水与焙砂的液固比为(4~5):1。

[0013] 所述的步骤三中,用硫化钠或铁粉对步骤二得到的浸出液进行净化。

[0014] 所述的步骤三中,通过硫化钠净化时,加入足量的硫化钠,控制浸出液的酸度为110g/L~150g/L,温度为60℃~70℃,净化过程中充分搅拌;通过铁粉净化时,加入足量的铁粉,温度为60℃~70℃,净化过程中充分搅拌。

[0015] 所述的步骤四中,对步骤三得到的净化液进行萃取过程中,酸度为30~80g/L,相比O/A=1:5~10,萃取剂为P204与磺化煤油的混合液,其中P204的体积为该混合液体积的10%~30%。

[0016] 所述的步骤五中,通过浓度为1.0mol/L~1.5mol/L的硫酸对步骤四得到的负载有机相进行洗脱。

[0017] 所述的步骤五中,反萃剂为盐酸,反萃时酸度为2mol/L~3mol/L,反萃过程中,通过盐酸进行循环反萃。

[0018] 所述的步骤六中,通过锌或铝对反萃液进行置换。

[0019] 与现有技术相比,本发明具有如下有益效果:

[0020] 本发明通过将含铟烟灰与固体酸混合均匀并进行固体酸化焙烧,固体酸化焙烧使含铟烟灰中的铟转化为可溶性的铟盐,从而大幅度提高了铟的浸出率,砷等杂质在焙烧过程中大部分挥发而除去,再通过将固体酸化焙烧产出的焙砂进行浸出,含铟烟灰中的铟与锗、镓、锌和镉等杂质元素转入溶液中,因此能够将含铟烟灰中的铟在浸出液中富集,再将浸出液与浸出渣分离;再对浸出液进行净化,并将净化液与净化渣分离;再对富含铟的净化液进行萃取,使铟进入负载有机相并进一步富集,同时使 In^{3+} 与Cu、As、Sb、Zn、Cd等分离,萃取得到萃取液和负载有机相;再对富含铟的负载有机相进行洗脱,再进行反萃得到富含铟的反萃液;再对反萃液进行置换,得到单质铟,通过本发明的方法,使得铟烟灰中的铟的回收率高,避免了铟的流失和浪费。

[0021] 进一步的,本发明通过硫化钠或铁粉对浸出液进行净化,硫化钠中的 S^{2-} 与杂质元素铋、铜、镉和锡等反应形成净化渣被排走,而大部分的铟不能被沉下,留在了净化液中,或者铁粉能够置换出杂质元素中的铋、铜、镉和锡等电位比铁低的元素,被置换出的元素均形成净化渣被排走,而铁粉不能置换出铟,因此,铟被保留在了净化液中。

[0022] 进一步的,本发明的萃取剂为P204与磺化煤油的混合液,萃取剂中P204的体积占混合液体积的10%~30%时既能够保证有足够的P204与 In^{3+} 结合,又不会因P204过高导致有机相粘度过大,不利于操作,且造成有机相浪费,利用率低,本发明的萃取过程中酸度控制在30~80g/L使 In^{3+} 具有高的萃取率,萃取时使铟的萃取与铁的分离达到平衡,铁的萃取率为8.5%,而铟为90%以上,可实现铟与铁的有效分离,而镓和锗的萃取率很低。

[0023] 进一步的,本发明用硫酸洗脱负载有机相能够去除重金属杂质和减少 Fe^{3+} ,而且对铟的洗脱效果较差,在浓度为1mol/L-1.5mol/L条件下洗脱,镓和锗的洗脱率都在98%以上,铁的洗脱率在84%以上,而铟的洗脱率低于8%,因此基本上达到了镓和锗与铟分离的目的,同时也除去了大部分的铁。

[0024] 进一步的,本发明通过盐酸反萃,将负载有机相中的铟转入盐酸溶液中,在反萃过程中,酸度值控制在2mol/L~3mol/L时,铟的反萃率很高,而铁的反萃率很低;再对反萃液进行置换得到单质铟。

[0025] 进一步的,盐酸循环反萃取铟,可以使得反萃取液中的铟含量达到30g/L以上。

[0026] 进一步的,经锌粉置换,可得到含铟品位大于90%的粗铟产品,铟的置换回收率在99%以上。

【附图说明】

[0027] 图1为本发明的回收铟的工艺流程图。

【具体实施方式】

[0028] 下面结合附图和实施例来对本发明做进一步的说明。

[0029] 本发明的从含铟烟灰回收铟的方法,包括如下步骤:

[0030] 步骤一,将含铟烟灰与浓硫酸混合均匀并进行固体酸化焙烧,焙烧过程中,料酸比为0.5~1:2,温度为200℃~300℃,时间为1~2h;

[0031] 步骤二,对固体酸化焙烧产出的焙砂进行浸出,焙砂进行浸出过程为:向焙砂中加水,在50℃~90℃下水浴搅拌1~2h,其中,水与焙砂的液固比为(4~5):1再将浸出液与浸出渣分离;

[0032] 步骤三,用硫化钠或铁粉对步骤二得到的浸出液进行净化,通过硫化钠净化时,加入足量的硫化钠,控制浸出液的酸度为110g/L~150g/L,温度为60℃~70℃,净化过程中充分搅拌;通过铁粉净化时,加入足量的铁粉,温度为60℃~70℃,净化过程中充分搅拌,并将净化液与净化渣分离;

[0033] 步骤四,对步骤三得到的净化液进行萃取,得到萃取液和负载有机相,萃取过程中,酸度为30~80g/L,相比O/A=1:5~10,萃取剂为P204与磺化煤油的混合液,其中P204的体积为该混合液体积的10%~30%;

[0034] 步骤五,通过浓度为1.0mol/L~1.5mol/L的硫酸对步骤四得到的负载有机相进行洗脱,再通过盐酸进行反萃得到反萃液,反萃时酸度为2mol/L~3mol/L,反萃过程中,通过盐酸进行循环反萃;

[0035] 步骤六,对步骤五得到的反萃液通过锌或铝进行置换,得到单质铟。

[0036] 实施例1

[0037] 本实施例的从含铟烟灰回收铟的方法,包括如下步骤:

[0038] 步骤一,将含铟烟灰与浓硫酸混合均匀并进行固体酸化焙烧,焙烧过程中,料酸比为1:2,温度为300℃,时间为2h;

[0039] 步骤二,对固体酸化焙烧产出的焙砂进行浸出,焙砂进行浸出过程为:向焙砂中加水,在80℃下水浴搅拌2h,其中,水与焙砂的液固比为5:1再将浸出液与浸出渣分离;

[0040] 步骤三,用硫化钠对步骤二得到的浸出液进行净化,通过硫化钠净化时,加入足量的硫化钠,控制浸出液的酸度为110g/L,温度为60℃,净化过程中充分搅拌,并将净化液与净化渣分离;

[0041] 步骤四,对步骤三得到的净化液进行萃取,得到萃取液和负载有机相,萃取过程中酸度为50g/L,萃取剂为P204与磺化煤油的混合液,其中P204的体积为该混合液体积的30%,相比O/A=1:5;

[0042] 步骤五,用浓度为1.0mol/L的硫酸洗脱步骤四得到的负载有机相,再用盐酸进行反萃得到反萃液,反萃时酸度为3.0mol/L,通过盐酸循环反萃以增加铟回收率;

[0043] 步骤六,用锌粉对步骤五净化后的反萃液进行置换,将置换出的铟压团熔铸后得到单质铟(粗铟)。

[0044] 实施例1中,从含铟烟灰回收铟的回收率可达84.6%。

[0045] 实施例2

[0046] 本实施例的从含铟烟灰回收铟的方法,包括如下步骤:

[0047] 步骤一,将含铟烟灰与浓硫酸混合均匀并进行固体酸化焙烧,焙烧过程中,料酸比为0.5:2,温度为250℃,时间为1.5h;

[0048] 步骤二,对固体酸化焙烧产出的焙砂进行浸出,焙砂进行浸出过程为:向焙砂中加水,在90℃下水浴搅拌1h,其中,水与焙砂的液固比为(4:1)再将浸出液与浸出渣分离;

[0049] 步骤三,用硫化钠对步骤二得到的浸出液进行净化,通过硫化钠净化时,加入足量的硫化钠,控制浸出液的酸度为130g/L,温度为65℃,净化过程中充分搅拌,并将净化液与

净化渣分离；

[0050] 步骤四,对步骤三得到的净化液进行萃取,得到萃取液和负载有机相,萃取过程中酸度为30g/L,萃取剂为P204与磺化煤油的混合液,其中P204的体积为该混合液体积的15%,相比O/A=1:8;

[0051] 步骤五,用浓度为1.5mol/L的硫酸洗脱步骤四得到的负载有机相,再用盐酸进行反萃得到反萃液,反萃时酸度为2.0mol/L,通过盐酸循环反萃以增加镉回收率;

[0052] 步骤六,用锌粉对步骤五净化后的反萃液进行置换,将置换出的镉压团熔铸后得到单质镉(粗镉)。

[0053] 实施例2中,从含镉烟灰回收镉的回收率可达85.3%。

[0054] 实施例3

[0055] 本实施例的从含镉烟灰回收镉的方法,包括如下步骤:

[0056] 步骤一,将含镉烟灰与浓硫酸混合均匀并进行固体酸化焙烧,焙烧过程中,料酸比1.5:2,温度为280℃,时间为1.5h;

[0057] 步骤二,对固体酸化焙烧产出的焙砂进行浸出,焙砂进行浸出过程为:向焙砂中加水,在60℃下水浴搅拌1.5h,其中,水与焙砂的液固比为4.5:1再将浸出液与浸出渣分离;

[0058] 步骤三,用硫化钠对步骤二得到的浸出液进行净化,通过硫化钠净化时,加入足量的硫化钠,控制浸出液的酸度为150g/L,温度为70℃,净化过程中充分搅拌,并将净化液与净化渣分离;

[0059] 步骤四,对步骤三得到的净化液进行萃取,得到萃取液和负载有机相,萃取过程中酸度为70g/L,萃取剂为P204与磺化煤油的混合液,其中P204的体积为该混合液体积的20%,相比O/A=1:7;

[0060] 步骤五,用浓度为1.3mol/L的硫酸洗脱步骤四得到的负载有机相,再用盐酸进行反萃得到反萃液,反萃时酸度为2.5mol/L,通过盐酸循环反萃以增加镉回收率;

[0061] 步骤六,用锌粉对步骤五净化后的反萃液进行置换,将置换出的镉压团熔铸后得到单质镉(粗镉)。

[0062] 实施例3中,从含镉烟灰回收镉的回收率可达74.2%。

[0063] 实施例4

[0064] 本实施例的从含镉烟灰回收镉的方法,包括如下步骤:

[0065] 步骤一,将含镉烟灰与浓硫酸混合均匀并进行固体酸化焙烧,焙烧过程中,料酸比为1:2,温度为200℃,时间为1h;

[0066] 步骤二,对固体酸化焙烧产出的焙砂进行浸出,焙砂进行浸出过程为:向焙砂中加水,在50℃下水浴搅拌2h,其中,水与焙砂的液固比为4:1再将浸出液与浸出渣分离;

[0067] 步骤三,用铁粉对步骤二得到的浸出液进行净化,通过铁粉净化时,加入足量的铁粉,温度为70℃,净化过程中充分搅拌,并将净化液与净化渣分离;

[0068] 步骤四,对步骤三得到的净化液进行萃取,得到萃取液和负载有机相,萃取过程中酸度为80g/L,萃取剂为P204与磺化煤油的混合液,其中P204的体积为该混合液体积的10%,相比O/A=1:10;

[0069] 步骤五,用浓度为1.0mol/L的硫酸洗脱步骤四得到的负载有机相,再用盐酸进行反萃得到反萃液,反萃时酸度为2.0mol/L,通过盐酸循环反萃以增加镉回收率;

[0070] 步骤六,用铝粉对步骤五净化后的反萃液进行置换,将置换出的铟压团熔铸后得到单质铟(粗铟)。

[0071] 实施例4中,从含铟烟灰回收铟的回收率可达76.5%。

[0072] 实施例5

[0073] 本实施例的从含铟烟灰回收铟的方法,包括如下步骤:

[0074] 步骤一,将含铟烟灰与浓硫酸混合均匀并进行固体酸化焙烧,焙烧过程为:焙烧过程中,料酸比为1:2,温度为220℃,时间为2h;

[0075] 步骤二,对固体酸化焙烧产出的焙砂进行浸出,焙砂进行浸出过程为:向焙砂中加水,在80℃下水浴搅拌1.5h,其中,水与焙砂的液固比为5:1再将浸出液与浸出渣分离;

[0076] 步骤三,用铁粉对步骤二得到的浸出液进行净化,通过铁粉净化时,加入足量的铁粉,温度为60℃,净化过程中充分搅拌,并将净化液与净化渣分离;

[0077] 步骤四,对步骤三得到的净化液进行萃取,得到萃取液和负载有机相,萃取过程中酸度为60g/L,萃取剂为P204与磺化煤油的混合液,其中P204的体积为该混合液体积的25%,相比O/A=1:6;

[0078] 步骤五,用浓度为1.2mol/L的硫酸洗脱步骤四得到的负载有机相,再用盐酸进行反萃得到反萃液,反萃时酸度为2.5mol/L,通过盐酸循环反萃以增加铟回收率;

[0079] 步骤六,用铝粉对步骤五净化后的反萃液进行置换,将置换出的铟压团熔铸后得到单质铟(粗铟)。

[0080] 实施例5中,从含铟烟灰回收铟的回收率可达77.4%。

[0081] 采用固体酸焙烧浸出铜烟灰回收铟,不仅可以提高铟回收率,而且避免了浓硫酸浸出过程易腐蚀设备带入杂质等问题,该方法尤其适用于从含铟较低的铜烟灰中回收铟。

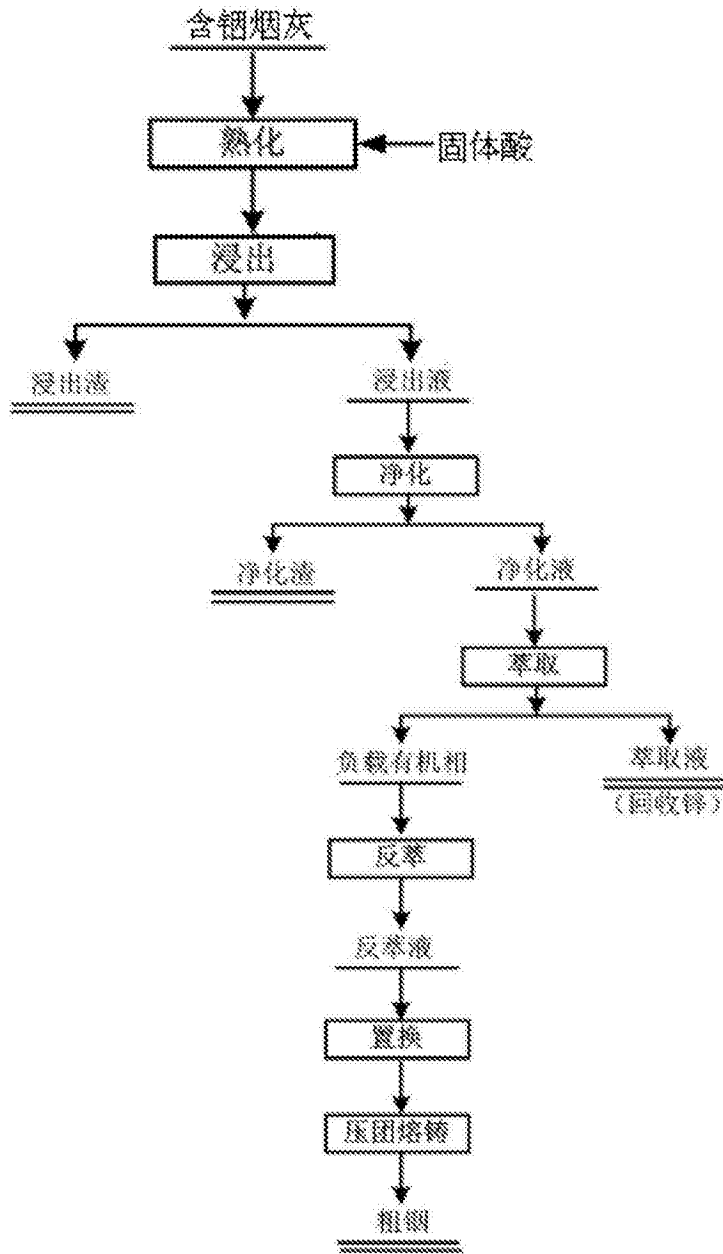


图1