



(12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 102912125 A

(43) 申请公布日 2013. 02. 06

(21) 申请号 201210418384. X

C22B 13/00(2006. 01)

(22) 申请日 2012. 10. 29

(71) 申请人 云南锡业集团有限责任公司研究设计院

地址 661000 云南省红河哈尼族彝族自治州个旧市个金路 98 号

(72) 发明人 崔建明 赵惠玲 张梅英 陈学元 潘基泽 张家涛 李元昌 王晓福 张振华 尹久发 杨铣 马宇 张旭

(74) 专利代理机构 昆明今威专利商标代理有限公司 53115

代理人 赵云

(51) Int. Cl.

C22B 3/12(2006. 01)

C22B 30/02(2006. 01)

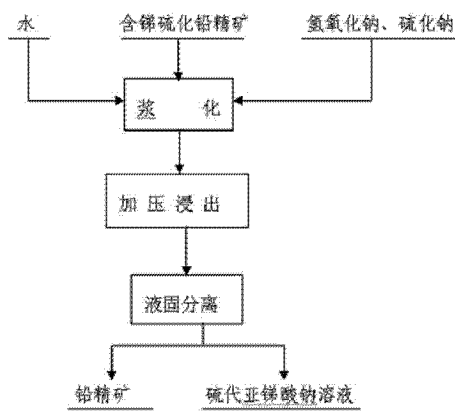
权利要求书 1 页 说明书 3 页 附图 1 页

(54) 发明名称

一种从含锡铅精矿中分离铅锡的方法

(57) 摘要

一种从含锡铅精矿中分离铅锡的方法。本发明属有色金属冶金技术领域,具体涉及一种加压浸出含锡的硫化铅精矿中的锡的方法。本发明是将含锡的硫化铅精矿用含有硫化钠的氢氧化钠反应溶液在密闭搅拌反应器内浸出,液固分离后得到硫化铅精矿和含硫代亚锡酸钠的浸出液,且反应溶液中含有 10 ~ 40g/L 硫化钠和含有 80 ~ 120g/L 氢氧化钠。本发明可更有效地脱除硫化铅精矿中的锡,避免硫化钠在高温浸出过程中的氧化,更适宜浸出锡赋存形态复杂的含锡硫化铅精矿中的锡。



1. 一种从含铈铅精矿中分离铅铈的方法,其特征是:将含铈的硫化铅精矿用含有硫化钠的氢氧化钠反应溶液在密闭搅拌反应器内浸出,液固分离后得到硫化铅精矿和含硫代亚铈酸钠的浸出液,且反应溶液中含有 10 ~ 40g/L 硫化钠和含有 80 ~ 120g/L 氢氧化钠。

2. 根据权利要求 1 所述的从含铈铅精矿中分离铅铈的方法,其特征是浸提操作工艺为:

(1) 将含铈的硫化铅精矿加入到所述含有硫化钠和氢氧化钠的反应溶液中,搅拌混合 0.4 ~ 0.6 小时;

(2) 将混合后的物料加入密闭搅拌反应器内,在温度 120 ~ 160℃、压力 0.2 ~ 0.6MPa 条件下搅拌反应 1 ~ 2 小时,液固分离得到硫化铅精矿和含硫代亚铈酸钠的浸出液。

3. 根据权利要求 1 或 2 所述的从含铈的硫化铅精矿中脱铈的方法,其特征是:所述含铈的硫化铅精矿为铅含量为 45 ~ 55wt%、铈含量为 5 ~ 10wt% 的硫化铅精矿。

4. 根据权利要求 1 或 2 所述的从含铈的硫化铅精矿中脱铈的方法,其特征是:含硫代亚铈酸钠的溶液采用电积产出金属铈,或用氧化产出铈酸钠的方法回收铈。

## 一种从含铈铅精矿中分离铅铈的方法

### 技术领域

[0001] 本发明属有色金属冶金技术领域,具体涉及一种加压浸出含铈的硫化铅精矿中的铈的方法。

### 背景技术

[0002] 铈是硫化铅精矿中常见的伴生金属。铈在铅冶炼过程中有 90% 将进入粗铅,粗铅中的少量的铈在铅电解时主要起着改善阳极泥结构的作用,有利于铅的电解精炼,但阳极铅中含铈过高时,在精矿冶炼和粗铅脱铈过程中铅的损失量会相应增大,并且会造成阳极铅含铈过高,降低电解的电流效率,因此铅冶炼工艺对铅精矿中铈的含量有严格的限制。

[0003] 对于含铈高的硫化铅精矿的冶炼,可采用精矿直接焙烧,将铈挥发、收集,分别得到铅精矿和铈精矿的方法。中国专利文献 CN114827A 提供了一种新的物理分离铈、铅的方法,在 600 ~ 700℃ 和有水蒸气存在的条件下焙烧精矿,利用辉铈矿和方铅矿具有性质差异以及水蒸气对辉铈矿的挥发所具有的催化作用选择性挥发辉铈矿,分别产出铅精矿和铈精矿。

[0004] 另一种火法处理工艺以熔炼铅铈合金为基础,从铅铈合金中采用不同的处理工艺分离铅和铈。中国专利文献 CN1389584A 提供了一种硫化铅铈精矿中分离主要有价金属的方法,先将精矿焙烧得到焙砂和氧粉,制球后用鼓风炉熔炼得到粗合金,反射炉熔炼粗合金脱除砷、镉后,投入隔焰式铈白炉在 600℃ ± 20℃ 处温度熔炼,合金中的铈氧化为铈白挥发,实现铅铈分离。中国专利 CN1186868A 提供了一种硫化铅铈矿制取铈白的方法和装置,其方法为将硫化铅铈矿脱硫、烧结、还原得到粗铅铈合金,合金脱砷后在坩埚式氧化炉内在温度 700℃ 以下鼓入 900 ~ 3000Pa 的空气或氧气氧化至溶液中铈含量小于 8%,粗合金中的铈氧化为铈白挥发,收集后得到铈白产品。火法工艺铅、铈金属的直收率低,铈在熔炼和精炼过程中分散于烟尘、碱性精炼渣和阳极泥中,不利于铈的回收。

[0005] 硫化铅铈精矿的湿法处理方面,王成彦等在《有色金属(冶炼部分)》2002 年第 5 期报道了氯化浸出、矿浆电解、碱性硫化钠浸出等处理方法。氯化浸出为在盐酸和氯化钠溶液中以氯气、三氯化铁、五氯化铈等为氧化剂浸出精矿,得到三氯化铈溶液和氯化铅渣,溶液采用电积或水解得到铈产品。氯化铅渣脱硫后转化并脱氯得到铅精矿。该工艺主要用于铈含量高的混合精矿,铈浸出率可达到 98% 以上,但浸出时精矿中的铅转化为氯化铅,需要脱氯处理。矿浆电解在 HCl—NH<sub>4</sub>Cl 体系中直接电解处理复杂铈铅矿,可以实现铈、铅的一步分离和金属铈的一步提取,在阴极可以直接得到金属铈,浸出率达到 98%,但铈铅矿中的铅同时被氯化,必须经碳铵转化后得到铅精矿。

[0006] 碱性湿法炼铈,即硫化钠浸出一硫代亚铈酸钠溶液电积法,采用常压浸出,浸出剂 Na<sub>2</sub>S 在浸出过程中容易氧化为硫代硫酸钠、亚硫酸钠等钠盐,主要应用于从铈精矿或高铈的脆硫铅铈精矿中提取金属铈。

### 发明内容

[0007] 本发明的目的是提供一种从含锑的硫化铅精矿中加压浸出脱锑的方法,可更有效地脱除硫化铅精矿中的锑,避免硫化钠在高温浸出过程中的氧化。

[0008] 实现本发明上述目的所采取的技术方案是:将含锑的硫化铅精矿用含有硫化钠的氢氧化钠反应溶液在密闭搅拌反应器内浸出,液固分离后得到硫化铅精矿和含硫代亚锑酸钠的浸出液,且反应溶液中含有 10 ~ 40g/L 硫化钠和含有 80 ~ 120g/L 氢氧化钠。

[0009] 本发明的具体工艺方法是:

(1) 将含锑的硫化铅精矿加入到所述含有硫化钠和氢氧化钠的反应溶液中,搅拌混合 0.4 ~ 0.6 小时;

(2) 将混合后的物料加入密闭搅拌反应器内,在温度 120 ~ 160℃、压力 0.2 ~ 0.6MPa 条件下搅拌反应 1 ~ 2 小时,液固分离得到硫化铅精矿和含硫代亚锑酸钠的浸出液。

[0010] 所述含锑的硫化铅精矿为铅含量为 45 ~ 55wt%、锑含量为 5 ~ 10wt% 的硫化铅精矿。

[0011] 所述的含硫代亚锑酸钠的溶液采用电积产出金属锑,或用氧化产出锑酸钠的方法回收锑。

[0012] 本发明的有益效果是:将含锑的硫化铅精矿用含有硫化钠的氢氧化钠溶液在密闭搅拌反应器内浸出,将硫化钠浸出液与空气隔绝,可避免辅助浸出剂硫化钠在加热浸出过程中的氧化;以氢氧化钠为主要浸出剂、硫化钠为辅助浸出剂的方法,可降低硫化钠在浸出过程中的浓度,减少溶液中硫化钠氧化产物对浸出的有害影响;采用密闭搅拌反应器,浸出时的温度可达到 120℃ 以上,可有效浸出锑赋存形态复杂的含锑硫化铅精矿中的锑。

## 附图说明

[0013] 图 1 为本发明的原则工艺流程图。

## 具体实施方案

[0014] 实施例 1

含锑的铅精矿成分:Pb54.34%, Sb8.20%, S16.87%。

[0015] 配制 3.00L 含有 30.00g/L 硫化钠的 100.00g/L 氢氧化钠溶液,加入 1.00Kg 含锑的硫化铅精矿,搅拌混合 0.5 小时,将混合物加入密闭搅拌反应器内,加热至温度 140℃,密闭反应器内的压力为 0.35 ~ 0.4MPa,搅拌反应 1.5 小时,过滤,得到 0.91Kg 硫化铅精矿和 3.37L 含硫代亚锑酸钠的浸出液,硫化铅精矿含锑 0.76wt%。

[0016] 实施例 2

含锑的铅精矿成分:Pb54.34%, Sb8.20%, S16.87%。

[0017] 配制 3.00L 含 10.00g/L 硫化钠的 120.00g/L 氢氧化钠溶液,加入 1.00Kg 含锑的硫化铅精矿,搅拌混合 0.5 小时,将混合物加入密闭搅拌反应器内,加热至温度 160℃,密闭反应器内的压力为 0.55 ~ 0.60MPa,搅拌反应 1.0 小时,过滤,得到 0.93Kg 硫化铅精矿和 3.43L 含硫代亚锑酸钠的浸出液,硫化铅精矿含锑 0.97wt%。

[0018] 实施例 3

含锑的铅精矿成分:Pb54.34%, Sb8.20%, S16.87%。

[0019] 配制 3.00L 含有 40.00g/L 硫化钠的 80.00g/L 氢氧化钠溶液,加入 1.00Kg 含锑的

硫化铅精矿, 搅拌混合 0.5 小时, 将混合物加入密闭搅拌反应器内, 加热至温度 120℃, 密闭反应器内的压力为 0.15 ~ 0.2MPa, 搅拌反应 2.0 小时, 过滤, 得到到 0.94Kg 硫化铅精矿和 3.22L 含硫代亚锑酸钠的浸出液, 硫化铅精矿含锑 0.84wt%。

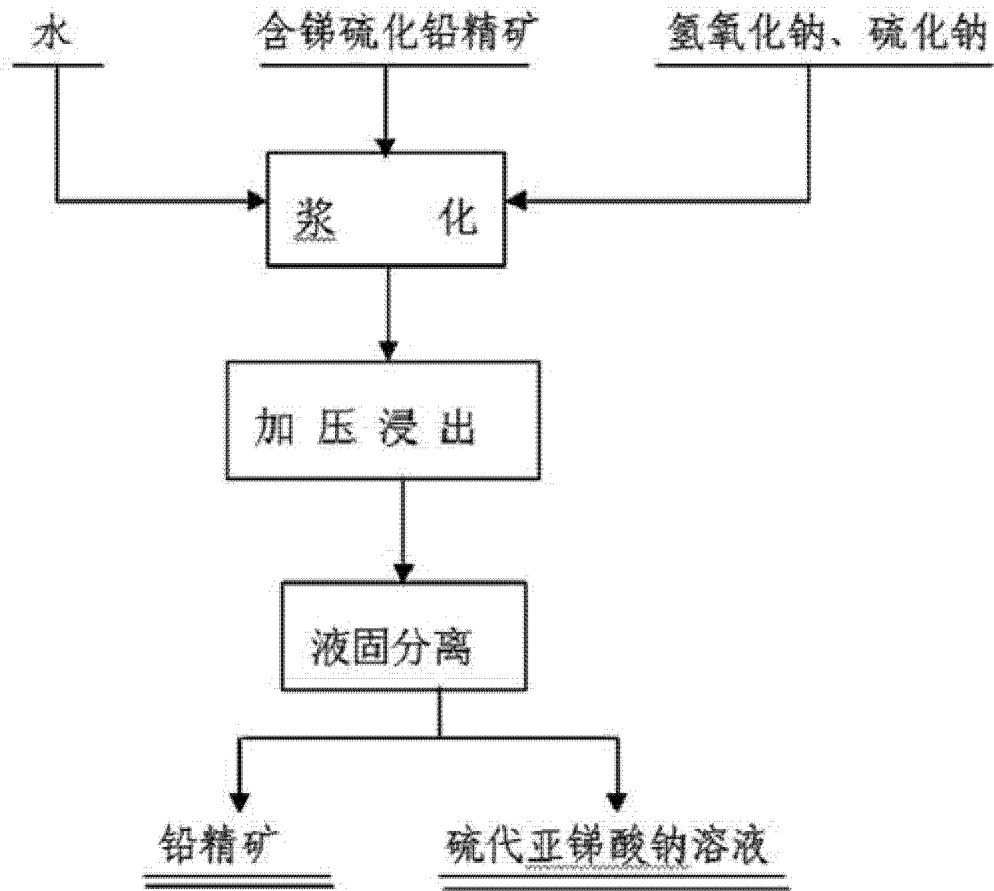


图 1