



(12) 发明专利

(10) 授权公告号 CN 102363522 B

(45) 授权公告日 2013. 09. 25

(21) 申请号 201110370361. 1

审查员 付佳

(22) 申请日 2011. 11. 21

(73) 专利权人 郴州雄风稀贵金属材料股份有限公司

地址 423300 湖南省郴州市永兴县国家循环经济示范园郴州雄风稀贵金属材料股份有限公司

(72) 发明人 张二军 谭雄玉 曹孝义 戴艳平

(51) Int. Cl.

C01B 19/02(2006. 01)

(56) 对比文件

JP 2000-169117 A, 2000. 06. 20, 全文.

JP 9-059007 A, 1997. 03. 04, 全文.

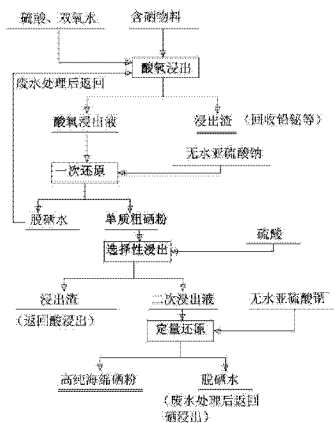
权利要求书1页 说明书3页 附图1页

(54) 发明名称

一种从低品位含硒物料中提取硒的工艺

(57) 摘要

一种从低品位含硒物料中提取硒的工艺;属于冶金工艺技术领域,其方案是将磨细的低品位含硒物料用硫酸和氧化剂加热进行酸氧浸出后,硒以硫酸硒的形式进入酸氧浸出液中,过滤,往酸氧浸出液中加入无水亚硫酸钠进行一次还原,还原完全后过滤,脱硒水返回酸氧浸出;得到的单质粗硒粉中还有一些杂质,需要再提纯;用15%的硫酸溶液将其选择性浸出;过滤后,二次浸出液再用无水亚硫酸钠定量还原后得到海绵硒;该海绵硒经过热水反复清洗、干燥后便可得到高纯海绵硒粉;本发明不受原料品位限制,适合处理含硒3-10%的各种含硒物料,硒回收率高,可达93%以上,且生产成本低;且整个生产过程无废气产生、大部分废水可回用,只有少量废水经废水处理达标排放,对环境无污染。



1. 一种从低品位含硒物料中提取硒的工艺,其特征是:将磨细的低品位含硒物料用硫酸和氧化剂加热进行酸氧浸出后,过滤,往酸氧浸出液中加入无水亚硫酸钠进行一次还原,还原完全后过滤,脱硒水返回酸氧浸出;得到的单质粗硒粉用 15% 的硫酸溶液将其选择性浸出;过滤后,二次浸出液再用无水亚硫酸钠定量还原后得到海绵硒;该海绵硒经过热水反复清洗、干燥后,得到高纯海绵硒粉;

具体工艺条件如下:

① 硒的酸氧浸出:温度 85-95℃,时间 2.5-3.5 小时,液固比 3-4:1,硫酸的用量为原料干重的 30%,双氧水的用量为原料干重的 5%;

② 一次还原:温度 85-95℃,时间 2.5-3.5 小时,液固比 3-4:1,无水亚硫酸钠的用量为酸氧浸出液中含硒量的 2 倍;

③ 选择性浸出:温度 85-95℃,时间 2.5-3.5 小时,液固比 6-7:1,硫酸的用量为单质粗硒粉干重的 135%;

④ 定量还原:温度 85-95℃,时间 2.5-3.5 小时,液固比 3-4:1,无水亚硫酸钠的用量为二次浸出液中含硒量的 2 倍。

一种从低品位含硒物料中提取硒的工艺

技术领域

[0001] 本发明涉及冶金工艺技术领域,特别是一种从低品位含硒物料中提取硒的工艺。

背景技术

[0002] 从含硒物料中分离提取硒通常是采用碱浸-中和还原工艺,比如2011年6月8日在中国发明专利申请公布号CN 102086029 A中,公开了由金川集团有限公司所提出的“一种从含硒物料中分离提取硒的工艺方法”,是将沉硒渣溶解于碱性的亚硫酸钠溶液中,单质硒与亚硫酸钠溶液反应生成易溶于水的硒代硫酸钠,硒代硫酸钠在硫酸的酸化作用下充分反应得到硒单质沉淀物,经过洗涤烘干,可得纯度为90%左右的粗硒。该发明实现了硒渣中铜银与硒的分离,分离出来的粗硒纯度较高,可以直接进行精炼,缩短了回收硒的工艺流程,提高了其回收率,并降低了生产成本,但碱浸法只能针对含硒大于10%的原料处理。

[0003] 含硒3-10%的含硒物料,业内称低品位含硒物料。对于这种低品位含硒物料现有技术都是采用硫酸化焙烧工艺,由于是硫酸化焙烧,其中含硫的废气物特别多,污染严重,且生产出的硒不纯,若是含砷、镉等低熔点有害元素就会更加污染产品。

发明内容

[0004] 本发明的目的是针对低品位含硒物料的特点,提供一种从低品位含硒物料中提取硒的工艺,同时解决传统工艺中对环境污染大、回收率低等问题。

[0005] 本发明的解决方案是将磨细的低品位含硒物料用硫酸和氧化剂加热进行酸氧浸出后,过滤,往酸氧浸出液中加入无水亚硫酸钠进行一次还原,还原完全后过滤,脱硒水返回酸氧浸出;得到的单质粗硒粉中还有一些杂质,需要再提纯;用15%的硫酸溶液将其选择性浸出;过滤后,二次浸出液再用无水亚硫酸钠定量还原后得到海绵硒;该海绵硒经过热水反复清洗、干燥后便可得到高纯海绵硒粉;

[0006] 具体工艺条件如下:

[0007] ①硒的酸氧浸出:温度85-95℃,时间2.5-3.5小时,液固比3-4:1,硫酸的用量为原料干重的30%,双氧水的用量为原料干重的5%;

[0008] ②一次还原:温度85-95℃,时间2.5-3.5小时,液固比3-4:1,无水亚硫酸钠的用量为酸氧浸出液中含硒量的2倍;

[0009] ③选择性浸出:温度85-95℃,时间2.5-3.5小时,液固比6-7:1,硫酸的用量为单质粗硒粉干重的135%;

[0010] ④定量还原:温度85-95℃,时间2.5-3.5小时,液固比3-4:1,无水亚硫酸钠的用量为二次浸出液中含硒量的2倍;

[0011] 本发明适合处理含硒3%以上的各种含硒物料,可直接将其生产出高纯海绵硒;低于3%的含硒物料要通过掺富硒矿调配在含硒3-10%内使用本发明工艺。

[0012] 与传统工艺比具有以下优点:

[0013] 本发明原料来源广泛,不受原料品位限制,适合处理含硒3-10%的各种含硒物料。

经实施实验发现,本发明硒回收率高,可达 93% 以上,且生产成本低;且整个生产过程无废气产生、大部分废水可回用,只有少量废水经废水处理达标排放,对环境无污染。

附图说明

[0014] 图 1 为本发明的工艺流程图。

具体实施方式

[0015] 下面用具体实施方式并结合附图详细描述本发明

[0016] 实验方案 1:

[0017] (1) 取含硒原料 500g,其中含硒 4.32%,磨至 100 目;

[0018] (2) 用该含硒物料中加入 1500g 水、150g 硫酸、25g 双氧水,加热温度 90℃,搅拌 3 小时酸氧浸出液后,过滤,得到浸出渣 305g (其中含硒 0.30%),酸氧浸出液 1520mL;浸出渣送火法冶炼回收铅、铋、铜;

[0019] (3) 往上步产出的酸氧浸出液加入 43g 无水亚硫酸钠,加热温度 90℃,搅拌 1.5 小时后过滤,得到粗硒粉 22g;脱硒水返回酸氧浸出;

[0020] (4) 用该含硒物料中加入 100g 水、30g 硫酸,加热温度 90℃,搅拌 3 小时后过滤,得到滤渣 1.0 g (其中含硒 13.5%),二次浸出液 110mL;滤渣返回酸氧浸出再浸出;

[0021] (5) 往上步产出的二次浸出液中加入 42g 无水亚硫酸钠,加热温度 90℃,搅拌 1.5 小时后过滤,热水反复清洗,得到高纯海绵硒粉 20.55g (含硒 99.9%),硒回收率 95.04%;二次脱硒水返回酸氧浸出;洗水经废水处理达标排放。

[0022] 实验方案 2:

[0023] (1) 取含硒原料 10kg,其中含硒 3.92%,磨至 100 目;

[0024] (2) 用该含硒物料中加入 30kg 水、3kg 硫酸、500g 双氧水,加热温度 90℃,搅拌 3 小时酸氧浸出液后,过滤,得到滤渣 5.83kg (其中含硒 0.28%),酸氧浸出液 30.98L;浸出渣送火法冶炼回收铅、铋、铜;

[0025] (3) 往上步产出的酸氧浸出液中加入 785g 无水亚硫酸钠,加热温度 90℃,搅拌 1.5 小时后过滤,得到粗硒粉 395.8g;脱硒水返回酸氧浸出;

[0026] (4) 用该含硒物料中加入 2400g 水、533.25g 硫酸,加热温度 90℃,搅拌 3 小时后过滤,得到滤渣 18.0 g (其中含硒 11.6%),二次浸出液 2483mL;滤渣返回酸氧浸出再浸出;

[0027] (5) 往上步产出的二次浸出液中加入 785g 无水亚硫酸钠,加热温度 90℃,搅拌 1.5 小时后过滤,热水反复清洗,得到高纯海绵硒粉 373.1g (含硒 99.9%),硒回收率 95.17%,二次脱硒水返回酸氧浸出;洗水经废水处理达标排放。

[0028] 实验方案 3:

[0029] (1) 取含硒原料 500g,其中含硒 3%,磨至 120 目;

[0030] (2) 用该含硒物料中加入 1500g 水、150g 硫酸、25g 双氧水,加热温度 90℃,搅拌 3 小时酸氧浸出液后,过滤,得到浸出渣 325g (其中含硒 0.25%),酸氧浸出液 1538mL;浸出渣送火法冶炼回收铅、铋、铜;

[0031] (3) 往上步产出的酸氧浸出液加入 30g 无水亚硫酸钠,加热温度 90℃,搅拌 1.5 小时后过滤,得到粗硒粉 14.8g;脱硒水返回酸氧浸出;

[0032] (4)用该含硒物料中加入 100g 水、20g 硫酸,加热温度 90℃,搅拌 3 小时后过滤,得到滤渣 0.89 g (其中含硒 12.5%),二次浸出液 110mL ;滤渣返回酸氧浸出再浸出 ;

[0033] (5)往上步产出的二次浸出液中加入 28g 无水亚硫酸钠,加热温度 90℃,搅拌 1.5 小时后过滤,热水反复清洗,得到高纯海绵硒粉 14.55g (含硒 99.9%),硒回收率 94.11% ;二次脱硒水返回酸氧浸出 ;洗水经废水处理达标排放。

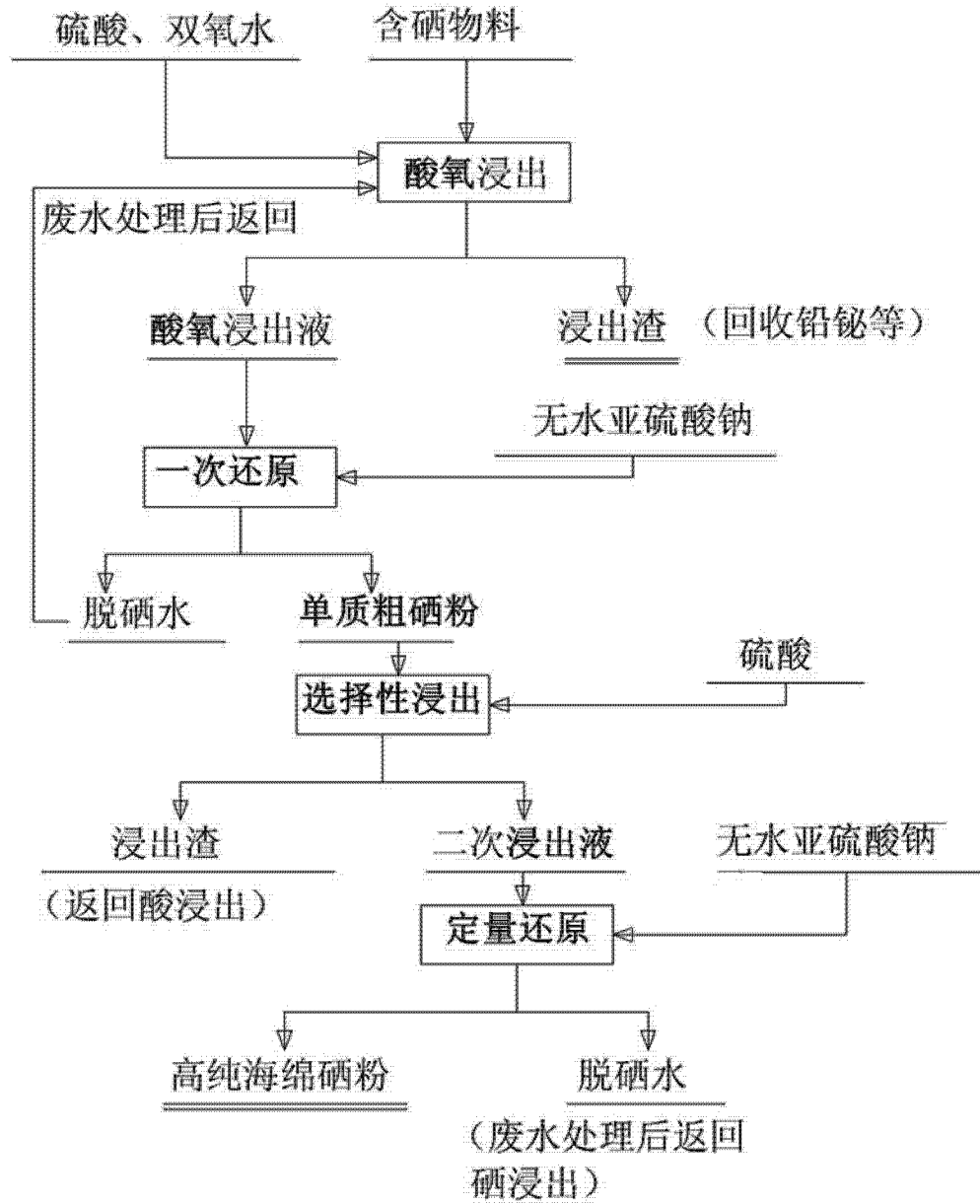


图 1