



(12)发明专利申请

(10)申请公布号 CN 106337134 A

(43)申请公布日 2017.01.18

(21)申请号 201610874476.7

(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)

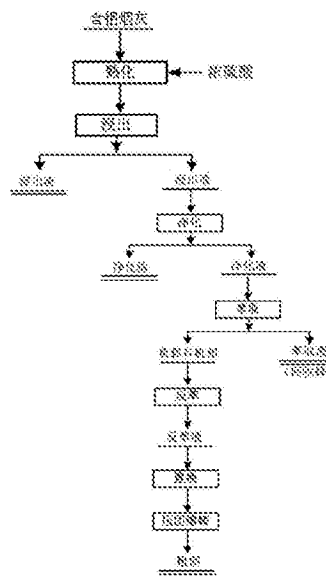
权利要求书1页 说明书5页 附图1页

(54)发明名称

一种从含铟烟灰回收铟的工艺

(57)摘要

本发明属于化工工艺技术领域,具体是从一种从含铟烟灰回收铟的工艺。包括以下步骤实现,步骤一,将含铟烟灰与浓硫酸混合均匀并进行硫酸熟化焙烧,焙烧过程为:向每20g含铟烟灰中加入10~20mL浓硫酸进行硫酸熟化焙烧,硫酸熟化焙烧时间为1~2h;步骤二,对硫酸熟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。本发明的工艺对含铟烟灰中的铟的回收率高,避免了铟的流失和浪费。



CN 106337134 A

1. 一种从含铟烟灰回收铟的工艺,其特征在於,包括如下步骤:

步骤一,将含铟烟灰与浓硫酸混合均匀并进行硫酸熟化焙烧,硫酸熟化焙烧过程为:向每20g含铟烟灰中加入10~20mL浓硫酸进行硫酸熟化焙烧,硫酸熟化焙烧时间为1~2h;

步骤二,对硫酸熟化焙烧产出的焙砂进行浸出,并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,净化完全后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所述的一种从含铟烟灰回收铟的工艺,其特征在於,所述步骤二中,对硫酸熟化焙烧产出的焙砂进行浸出过程为:向焙砂中加水,在50℃~100℃下水浴搅拌1~2h,其中,水与焙砂的液固比为(3~8):1。

3. 根据权利要求1所述的一种从含铟烟灰回收铟的工艺,其特征在於,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1所述的一种从含铟烟灰回收铟的工艺,其特征在於,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所述的一种从含铟烟灰回收铟的工艺,其特征在於,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所述的一种从含铟烟灰回收铟的工艺,其特征在於,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所述的一种从含铟烟灰回收铟的工艺,其特征在於,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所述的一种从含铟烟灰回收铟的工艺,其特征在於,所述的步骤六中,通过锌或铝对反萃液进行置换。

一种从含铟烟灰回收铟的工艺

【技术领域】

[0001] 本发明属于化工工艺技术领域,具体是从一种从含铟烟灰回收铟的工艺。

【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一种从含铟烟灰回收铟的工艺,该工艺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] 一种从含铟烟灰回收铟的工艺,包括如下步骤:

[0006] 步骤一,将含铟烟灰与浓硫酸混合均匀并进行硫酸熟化焙烧,焙烧过程为:向每20g含铟烟灰中加入10~20mL浓硫酸进行硫酸熟化焙烧,硫酸熟化焙烧时间为1~2h;

[0007] 步骤二,对硫酸熟化焙烧产出的焙砂进行浸出,并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,净化完全后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,对硫酸熟化焙烧产出的焙砂进行浸出过程为:向焙砂中加水,在50℃~100℃下水浴搅拌1~2h,其中,水与焙砂的液固比为(3~8):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浓硫酸混合均匀并进行硫酸熟化焙烧,铟和重金属氧化物几乎全部转化成硫酸盐,高温高酸条件下很难溶解的硫化铟,因热浓硫酸的强氧化性而分解,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,再通过将硫酸熟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,铅主要以 $PbSO_4$ 形态入渣,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;再对负载有机相进行洗脱,再进行反萃得到反萃液;再对反萃液进行置换,得到单质铟,通过本发明的工艺,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工艺,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硫酸熟化焙烧,焙烧过程为:向每20g含铟烟灰中加入10~20mL浓硫酸进行硫酸熟化焙烧,硫酸熟化焙烧时间为1~2h;

[0031] 步骤二,对硫酸熟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℃~100℃下水浴搅拌1~2h,其中,水与焙砂的液固比为(3~8):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工艺,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硫酸熟化焙烧,焙烧过程为:向20g含铟烟灰中加入20mL浓硫酸进行硫酸熟化焙烧,硫酸熟化焙烧时间为2h;

[0039] 步骤二,对硫酸熟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6:1,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79.5%。

[0045] 实施例2

[0046] 本实施例的从含铟烟灰回收铟的工艺,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硫酸熟化焙烧,焙烧过程为:向20g含铟烟灰中加入15mL浓硫酸进行硫酸熟化焙烧,硫酸熟化焙烧时间为1.5h;

[0048] 步骤二,对硫酸熟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3:1,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铟回收率;

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

[0053] 实施例2中,从含铟烟灰回收铟的回收率可达72.6%。

[0054] 实施例3

[0055] 本实施例的从含铟烟灰回收铟的工艺,包括如下步骤:

[0056] 步骤一,将含铟烟灰与浓硫酸混合均匀并进行硫酸熟化焙烧,焙烧过程为:向20g含铟烟灰中加入10mL浓硫酸进行硫酸熟化焙烧,硫酸熟化焙烧时间为1h;

[0057] 步骤二,对硫酸熟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8:1,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铟回收率;

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

[0062] 实施例3中,从含铟烟灰回收铟的回收率可达79.3%。

[0063] 实施例4

[0064] 本实施例的从含铟烟灰回收铟的工艺,包括如下步骤:

[0065] 步骤一,将含铟烟灰与浓硫酸混合均匀并进行硫酸熟化焙烧,焙烧过程为:向20g含铟烟灰中加入18mL浓硫酸进行硫酸熟化焙烧,硫酸熟化焙烧时间为1.8h;

[0066] 步骤二,对硫酸熟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5:1,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铟回收率;

[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74.7%。

[0072] 实施例5

[0073] 本实施例的从含铟烟灰回收铟的工艺,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硫酸熟化焙烧,焙烧过程为:向20g含铟烟灰中加入13mL浓硫酸进行硫酸熟化焙烧,硫酸熟化焙烧时间为2h;

[0075] 步骤二,对硫酸熟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100℃下水浴搅拌1.5h,其中,水与焙砂的液固比为7:1,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73.4%。

[0081] 浓硫酸熟化后浸出回收铟工艺过程中依靠浓硫酸自身强酸性和强氧化性将高铟铜烟灰中的铟转化为易溶的硫酸铟,从而提高铟回收率。该方法无须额外加热及添加氧化剂,在节省能耗的同时,避免氧化剂的添加造成溶液中杂质的增加造成后续溶液净化及萃取难度增大。

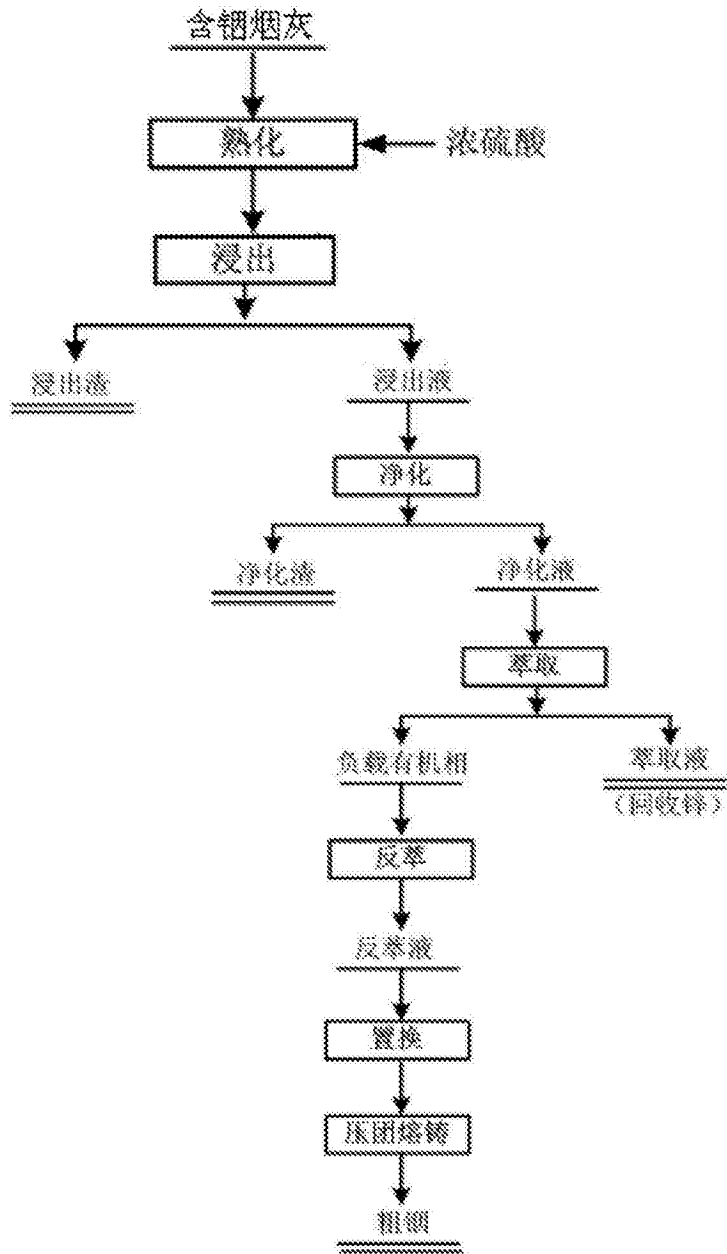


图1