

(12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 102616971 A

(43) 申请公布日 2012.08.01

(21) 申请号 201110415501.2

(22) 申请日 2011.12.14

(71) 申请人 山东建筑大学

地址 250101 山东省济南市临港开发区山东
建筑大学 1000 号

(72) 发明人 石磊 石佳正 刘华星 范小红
林晓娟

(51) Int. Cl.

C02F 9/10 (2006.01)

F23G 7/00 (2006.01)

C01G 19/02 (2006.01)

C02F 1/72 (2006.01)

C02F 1/28 (2006.01)

C02F 103/16 (2006.01)

权利要求书 1 页 说明书 2 页

(54) 发明名称

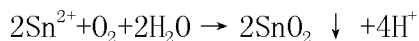
一种实验室酸性镀锡废液综合处理的方法

(57) 摘要

本发明涉及到一种实验室酸性镀锡废液综合处理的方法,涉及电镀领域废液综合利用领域。该方法包括如下步骤:首先向废液中通入 O_2 ,将氧化产生的 SnO_2 过滤并在还原气氛中还原为 SnO 后收集利用,之后向废液中加入活性炭吸附有机杂质后过滤并且蒸馏剩余的废液得到蒸馏水,将剩余的固体物质进行高温焚烧后无害化深埋处理。本发明为实验室处理酸性镀锡废液提供了一种简便易行、可有效的回收资源,减少污染的方法。

1. 一种实验室酸性镀锡废液综合处理的方法,主要包括以下步骤:

(1) 酸性镀锡废液中持续通入浓度为 95% 的 O_2 约 30 ~ 60min, 用于氧化废液中的 Sn^{2+} , 其反应如下:



(2) 将步骤 (1) 处理过的废液静止后过滤, 收集过滤后的固体物质放在 600°C 的空气中 1h 燃烧掉杂质, 后在含 H_2 10%, 含 N_2 90% 的 850°C 还原气氛中放置 50h, 将得到的氧化亚锡粉末收集利用;

(3) 将步骤 (2) 过滤后的废液中加入 3 ~ 5g 活性炭后再过滤, 除去废液中剩余的有机杂质;

(4) 将步骤 (3) 中剩余的废液进行蒸馏处理;

(5) 将步骤 (4) 和蒸馏后的固体高温焚烧后无害化深埋处理;

2. 根据权利要求 1 所述的一种实验室酸性镀锡废液综合处理的方法, 其中步骤 (2) 回收氧化亚锡;

3. 根据权利要求 1 所述的一种实验室酸性镀锡废液综合处理的方法, 其中步骤 (4) 制取蒸馏水。

一种实验室酸性镀锡废液综合处理的方法

技术领域

[0001] 本发明涉及到一种实验室酸性镀锡废液综合处理的方法,主要论述此方法的作用和操作方法。

背景技术

[0002] 酸性镀锡工艺实验要求酸性镀锡液的温度保持在 5℃左右,这时可得到质量最好的镀层,在实验室酸性镀锡工艺实验中,室温高于 5℃的天气较多,特别是在夏季的时候,室温甚至高达 30℃左右,然而在实验室做酸性镀锡实验时一般不配备小型实验冷冻设备,而酸性镀锡为持续升温的过程,因而温度成为了影响镀层质量的主要因素。在酸性镀锡电镀过程中,随着温度的升高,镀液中二价锡离子的水解能力随之增强,将会产生更多的 $\text{Sn}(\text{OH})_2$ 而使镀液变得浑浊,使得镀层粗糙,质量降低。当镀液的温度超过 30℃时,光亮剂将会产生有机杂质,随着这些杂质的增多,会使镀层表面发花,镀层发暗,色泽不均。此外,镀液中二价锡离子在空气中和阳极上很容易被氧化成四价锡而形成不溶性的偏锡酸,而使镀液变浑浊,镀液中的有效 Sn^{2+} 浓度迅速下降,严重影响镀层性能。故在实验室酸性镀锡工艺实验后,如何处理镀锡废液成为了人们重点关注的问题。中华人民共和国国家标准关于《锡、锑、汞工业污染物排放标准》规定现有企业水污染总锡排放量为 6mg/L,新建企业水污染总锡排放量为 5mg/L。本发明主要介绍了如何针对实验室对酸性镀锡废液进行综合处理,使其符合相应的国家标准。

发明内容

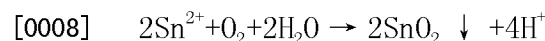
[0003] 本发明为一种实验室酸性镀锡废液综合处理的方法。

[0004] 由于实验室温度不能很好控制在 5℃左右,使得酸性镀锡液中由于 Sn^{2+} 的水解引入了 $\text{Sn}(\text{OH})_2$,其具体方程式为: $\text{Sn}^{2+} + 2\text{H}_2\text{O} \rightleftharpoons \text{Sn}(\text{OH})_2 \downarrow + 2\text{H}^+$,由于光亮剂的分解产生有机杂质,再者就是 Sn^{2+} 在空气中和阳极上很容易被氧化成四价锡而形成不溶性的偏锡酸,导致镀层质量下降。

[0005] 酸性镀锡液的主要成分:硫酸亚锡,硫酸,电镀添加剂等。

[0006] 根据镀液的组成及浓度,本专利提供了一种简便可行的方法,去除镀液中的干扰成分,使镀液得到综合处理,部分物质循环利用。其操作步骤如下:

[0007] a. 酸性镀锡废液中通入浓度为 95%的 O_2 持续循环一段时间,大约 30 ~ 60min,用于氧化废液中的 Sn^{2+} ,其反应如下:



[0009] b. 将步骤 a 处理过的废液静止后过滤,收集过滤后的固体物质放在 600℃的空气中 1h 燃烧掉杂质,后在含 H_2 10%,含 N_2 90%的 850℃还原气氛中放置 50h 后收集氧化亚锡粉末再利用;

[0010] c. 将步骤 b 过滤后的废液中加入 3 ~ 5g 活性炭静置一天后过滤,过滤掉废液中剩余的有机杂质;

[0011] d. 将步骤 c 中剩余的废液进行蒸馏处理,将步骤 c 和蒸馏后的固体作高温焚烧无害化处理;

[0012] 利用碘酸钾滴定法测定收集的 SnO 的纯度,检验的纯度在 99.50% 以上,为化学纯,符合电镀实验要求,可以再次利用。

具体实施方式

[0013] 实施例 1

[0014] 取 1L 镀锡废液,持续向废液中通入浓度为 95% 的 O_2 约 30min,过滤。将上述过滤出的沉淀物放在 600°C 的空气中 1h 后在含 H_2 10%,含 N_2 90% 的 850°C 还原气氛中放置 50h 得到氧化亚锡。氧化亚锡质量为 21.0g,经检测纯度为 99.60%。将剩余废液集中,加入 3g 活性炭处理后过滤出沉淀物。将液体进行蒸馏处理,制得蒸馏水 0.72L。

[0015] 实施例 2

[0016] 取 1.5L 镀锡废液,持续向废液中通入浓度为 95% 的 O_2 约 45min,过滤。将上述过滤出的沉淀物放在 600°C 的空气中 1h 后在含 H_2 10%,含 N_2 90% 的 850°C 还原气氛中放置 50h 得到氧化亚锡。氧化亚锡质量为 33.0g,经检测纯度为 99.85%。将剩余废液集中,加入 4.5g 活性炭处理后过滤出沉淀物。将液体进行蒸馏处理,制得蒸馏水 1.06L。

[0017] 实施例 3

[0018] 取 2L 镀锡废液,持续向废液中通入浓度为 95% 的 O_2 约 1h,过滤。将上述过滤出的沉淀物放在 600°C 的空气中 1h 后在含 H_2 10%,含 N_2 90% 的 850°C 还原气氛中放置 50h 得到氧化亚锡。氧化亚锡质量为 46.0g,经检测纯度为 99.70%。将剩余废液集中,加入 6g 活性炭处理后过滤出沉淀物。将液体进行蒸馏处理,制得蒸馏水 1.43L。