

文章编号:1003-7837(2005)01-0012-03

粗铟真空蒸馏除镉的研究及生产实践

吴成春

(中金岭南韶关冶炼厂马坝分厂,广东 韶关 512100)

摘要:粗铟真空蒸馏除镉的试验结果表明,在450~500℃、真空度20~30 Pa、蒸馏时间2 h的条件下,除镉率可达97%~99%。生产实践表明,采用该工艺除镉,粗铟含镉可降至0.01%,除镉后的铟能够满足电解工艺对原料的要求。

关键词:铟;除镉;蒸馏

中图分类号:TF124.5 **文献标识码:**A

铟是一种光亮的银白色金属,在地壳中的丰度大约 0.1×10^{-6} 。铟不存在可供开采的独立矿床,主要伴生在锌、铅、铜及锡矿中。因此,金属铟一般作为副产品而生产。各冶炼厂综合回收到的铟产品,一般要经电解精炼提纯。对于氧化电位较铟更正或更负的元素,采用控制电位的方法分离杂质元素,分离效果良好,但对于与铟的氧化电位较接近的元素如镉、铊等则难以脱除。对含镉低的粗铟,一般可在电解后,在铸锭时加氧化剂络合除去镉。对含镉较高的粗铟,一方面镉对电解液污染严重,需要经常更换、处理电解液,试剂消耗大;另一方面电解后精铟含镉仍较高,在铸锭时,加氧化剂络合除镉仍达不到产品质量要求^[1]。本文利用铟—镉二元系饱和蒸气压的不同将粗铟中的镉蒸馏脱除。真空蒸馏法分离铟、镉的试验和生产实践表明,除镉效果比较理想,除镉率达97%以上,而且设备简单、操作方便,试剂消耗少,降低了电解液净化量,减少了中间渣量,是一种低能耗、无污染的新工艺、新技术。

1 真空蒸馏除镉的理论依据^[2]

真空蒸馏法已成功地用于二元和多元合金的分离,合金能否用真空蒸馏法分离取决于一定温度下各合金组元的蒸气压差。

铟的饱和蒸气压与温度的关系:

$$\lg P^0(\text{In}) = -12580/T - 0.45 \lg T + 11.95$$

镉的饱和蒸气压与温度的关系:

$$\lg P^0(\text{Cd}) = -5819/T - 1.257 \lg T + 14.412$$

不同温度下,铟和镉饱和蒸气压及相关计算列于表1:

表1 铟和镉的饱和蒸气压及相关理论计算

Table 1 Saturation vapor pressure of In, Cd and related theoretical calculation

温度 /℃	$P(\text{Cd})$ /Pa	$P(\text{In})$ /Pa	$P(\text{Cd})/P(\text{In})$	β 值 ¹⁾
393	1.33×10^2	5.69×10^{-9}	2.34×10^{10}	3.73×10^{10}
486	1.33×10^3	1.01×10^{-6}	1.20×10^9	1.91×10^9
610	1.33×10^4	2.20×10^{-4}	6.06×10^7	9.06×10^7
710	5.33×10^4	5.90×10^{-3}	9.04×10^6	1.44×10^7
765	1.01×10^5	2.74×10^{-2}	3.70×10^6	5.90×10^6

注:1) $\beta = \frac{P(\text{Cd}) \times r(\text{Cd})}{P(\text{In}) \times r(\text{In})}$, 一般 $r(\text{Cd})$ 为 1.582~1.761, $r(\text{In})$ 为 1.00~1.006, 现取 $r(\text{Cd})=1.60$, $r(\text{In})=1.003$ 。

一般情况下,当 $\beta > 1$ 时,镉在气相中的含量大于在凝聚相中的含量,大部分镉聚集在气相中,从而可将镉从粗铟中除去。

2 试验结果及讨论

为了选择最佳工艺条件,我们分别对影响镉分离的因素如蒸馏温度、蒸馏时间、真空度及料层厚度进行了试验.试验所用的粗钢试样含镉 0.55%,小型试验每次投料 20 g.

2.1 蒸馏温度的影响

钢的熔点较低,约 156℃,温度高于 400℃时, $P(\text{Cd}) > 162.5 \text{ Pa}$.当残压约 100 Pa 时,可使镉很快地挥发.在真空度 20~40 Pa,恒温 2 h 时,蒸馏温度对粗钢除镉影响的试验结果见表 2.

表 2 蒸馏温度试验结果

Table 2 Test results of distillation temperature

温度/℃	350	400	450	500	600
残镉 $w/\%$	0.30	0.01	0.0047	0.0016	0.0007

从表 2 中可以看出,只要温度高于 450℃,即可满足除镉的要求,残镉可降低到 0.01% 以下,除镉率在 99% 以上.考虑加热设备条件,选温度为 450~500℃ 较适宜.

2.2 蒸馏时间的影响

在温度 500℃、真空度 20~40 Pa 时,蒸馏时间对粗钢除镉影响的试验结果列于表 3.由表 3 可以看出,在 45 min 时,镉的挥发率达到 99.98%,在 90 min 时,镉的挥发率达到 99.99% 以上.为了把粗钢中的镉清除得比较干净,选择蒸馏时间为 2 h.

表 3 蒸馏时间的试验结果

Table 3 Test results of distillation time

蒸馏时间/min	45	90	120
残镉 $w/\%$	0.012	0.006	0.00093

2.3 真空度的影响

在温度 450℃、相同蒸馏时间的条件下,不同真空度下镉的脱除情况见表 4.从表 4 可以看出,真空度对镉挥发的影响很大.真空度越高,除镉效果越好.综合考虑生产设备、生产环境及加热条件之后,我们选择适宜的真空度为 20~30 Pa.

表 4 真空度的试验结果

Table 4 Test results of vacuum degree

真空度/Pa	20	60	100	150	200
残镉 $w/\%$	0.0016	0.012	0.050	0.110	0.139

2.4 料层厚度的影响

在不改变料液面积的情况下,将小型试验的投料量由原来的 20 g 加大到 130 g,料层厚度由原来的 3.8~4.0 mm 增加到 35~37 mm,其它条件不变,试验结果如表 5 所列.由表 5 可知,投料量对镉的脱除影响不大.

表 5 料层厚度的影响

Table 5 Effect of material-layer thickness

加料量/g	料层厚度/mm	残镉 $w/\%$
20	3.8~4.0	0.0016
130	35~37	0.009

2.5 综合试验

由以上条件试验可知,温度和真空度对粗钢脱镉的影响最大.将温度控制在 450~500℃,真空度尽可能低,进行综合试验,试验结果列于表 6.

表 6 综合试验结果

Table 6 Comprehensive test result

温度/℃	真空度/Pa	蒸馏时间/h	残镉 $w/\%$
450	30	2	0.0042
500	30	2	0.009

由表 6 可知,综合试验的结果是比较理想的,残镉小于 0.01%,可以达到电解前粗钢含镉的要求.

3 生产实践

根据条件试验所选择的最佳条件,进行工业试验.在粗钢每炉投料量 15~20 kg、粗钢含镉 0.5%~0.8%、蒸馏时间 2 h、真空度 20~40 Pa 的条件下,工业试验结果列于表 7.

表7 工业试验结果
Table 7 Industrial test result

温度 /°C	真空度 /Pa	蒸馏时间 /h	投料量 /kg	粗镭含镉 w/%	残镉 w/%
450	20	2	6.8	0.79	0.0045
450	30	2	14.9	0.57	0.01
450	40	2	17.8	0.45	0.011
500	20	2	15.1	0.21	0.0036
500	25	2	15.2	0.37	0.0055
500	35	2	20.4	0.62	0.012

表7工业试验结果表明,残镉可降至约0.01%。生产实践表明,所选择的生产条件是适合于粗镭除镉工艺的。对含镉不同的粗镭,均能将镉除得比较干净,除镉率在97%~99%之间,粗镭中的镉可降至0.01%,大大减少了镉对粗镭电解精炼的影响。

4 结 论

采用真空蒸馏法除镉,可把粗镭中的镉脱除

97%以上,减少了镉对电解液的污染,延长了电解液的更换周期,减少了试剂消耗。在450~500℃低温区加热,可采用电炉盘直接加热,设备简单,操作方便。升温到恒定温度后,只需恒温2h即可,能耗少,每日可处理30~40kg,能够满足电解镭的需求。蒸馏出来的镉,经过冷凝,形成镉粉回收,可减轻对环境的污染。

采用真空蒸馏法粗镭除镉是针对我厂高镉粗镭的处理而探索的新工艺,经过试验和生产实践证明此工艺是成功的。

参考文献:

- [1] 魏昶,罗天骄. 真空法从粗镭中脱除镉锌铋铊铅的研究[J]. 稀有金属, 2003, 27(6): 852.
- [2] 戴永年,杨斌. 有色金属材料的真空冶金[M]. 北京:冶金工业出版社, 2000.

Study on removing cadmium from crude indium by vacuum distillation and its practice

WU Cheng-chun

(Maba Branch of Shaoguan Metallurgical Plant, Shaoguan 512100, China)

Abstract: The result of test for removing cadmium from crude indium by vacuum distillation shows that the rate of cadmium removal can be up to 97% - 99% under the conditions of 450 - 500°C, 20 - 30Pa vacuum degree and 2h distillation. Production practice indicates that the cadmium content in crude indium can be decreased to 0.01% by this process. The indium after cadmium removal satisfies the demands of electrolysis process.

Key words: indium; cadmium removal; distillation