

文章编号: 1003-7837(2006)01-0006-02

从含锗石英玻璃废料中提取锗工艺的探讨

黄和明, 李国辉, 杭清涛

(南京锗厂有限责任公司, 江苏 南京 211165)

摘要: 将含锗石英玻璃废料在料碱质量比 1:4 及 820℃ 的条件下焙烧 2.5 h, 再经特殊工艺处理, 然后进行酸化及蒸馏, 锗的回收率由 90% 提高到 93% 以上。

关键词: 含锗石英玻璃废料; 工艺; 提取锗

中图分类号: TF111 文献标识码: A

锗被用于光导纤维中, 已成为锗的最大用途之一。在光纤光棒的生产过程中, 四氯化锗与四氯化硅在氧气中反应生成二氧化锗和二氧化硅的共晶化合物, 即含锗石英玻璃。如果含锗石英玻璃合格即可作为光纤材料; 如果不合格则成为废料。锗是稀散金属, 价格比较贵, 如何从含锗废料中提取锗显得比较重要。在以前工作的基础上, 通过大量生产试验, 摸索出一种从含锗石英玻璃废料中提取锗的方法, 其回收率达到 93% 以上。

1 试验方法

1.1 试料

含锗石英玻璃废料中含酸溶锗 0.31%、全溶锗 10.26%。

1.2 工艺流程

将含锗石英玻璃废料破碎后, 先加入纯碱焙烧, 再加硫酸酸化, 然后进行蒸馏获得四氯化锗, 最后制成其它锗产品。其工艺流程如图 1 所示。

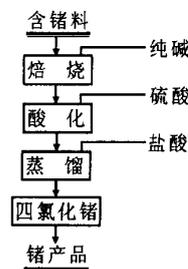


图 1 含锗物料提取锗工艺流程图

Fig. 1 Flowsheet for germanium extracted from residue containing Ge

表 1 加碱焙烧试验结果

Table 1 Results for roasting with alkaline

编号	料碱质量比					
	1:1	1:2	1:3	1:4	1:4	
转化率 S-1	45.55	82.55	90.63	90.56	93.52 ¹⁾	
/%	S-2	46.32	86.30	89.73	90.86	94.77 ¹⁾

注: 1) 为经过特殊工艺处理后所得的结果

2 试验结果

2.1 加碱试验

在焙烧时间 2.5 h、焙烧温度 820℃ 的条件下, 进行加碱焙烧试验, 试验结果列于表 1。

由表 1 可知, 料碱质量比为 1:4 时进行焙烧, 再经特殊工艺处理, 锗的转化率最高。

2.2 焙烧温度试验

将含锗石英玻璃废料加碱拌匀后(料碱质量比为 1:4)置入焙烧炉内, 在不同温度下焙烧 2.5 h,

收稿日期: 2005-01-26

作者简介: 黄和明(1962-), 男, 江苏溧阳人, 高级工程师, 学士。

再经特殊工艺处理,试验结果列于表2.

表2 不同温度下锗的转化率
Table 2 Conversion of Ge under different temperatures

编号	焙烧温度/°C						
	650	700	750	800	820	850	
转化率/%	S-3	63.60	75.43	77.72	91.92	93.52	92.54 ¹⁾
	S-4	65.21	76.06	78.23	92.03	94.77	93.68 ¹⁾

注:1)当料碱以质量比1:4拌匀后,在850°C时物料完全熔融,这样在工业生产上较难操作.

由表2可知,当焙烧温度为820°C时,锗的转化率较高.考虑到工业生产中的实际操作,选择焙烧温度为820°C.

2.3 焙烧时间试验

在料碱质量比1:4,焙烧温度820°C,不同焙烧时间的条件下进行焙烧,然后再进行特殊工艺处理,试验结果列于表3.

表3 不同焙烧时间条件下锗的转化率

Table 3 Conversion of Ge in different time for roasting

编号	焙烧时间/h				
	1.5	2	2.5	3	
转化率/%	S-5	86.27	90.46	93.52	94.88
	S-6	87.32	89.66	94.77	94.92

由表3中可以看出,随着焙烧时间延长,锗的转化率提高.当焙烧时间长于2.5h时,含锗石英玻璃废料中锗的转化率增长缓慢.这说明焙烧时间为2.5h时,锗的转化基本处于平衡.因此,该物料的焙烧时间控制在2.5h即可.

2.4 锗的直收率

含锗石英玻璃废料经焙烧后,酸不溶锗的93%~95%被转化为酸溶锗,然后用硫酸酸化,再用盐酸进行蒸馏,其直收率列于表4.

表4 锗的直收率

Table 4 Direct recovery of Ge %

焙烧后物料含锗质量分数	2.72	2.84	2.68	2.70	3.02
蒸馏锗的直收率	98.76	99.45	98.55	98.62	99.64

3 结 论

含锗石英玻璃废料经破碎后,在料碱质量比为1:4及焙烧温度为820°C的条件下焙烧2.5h,然后用硫酸酸化及盐酸蒸馏,锗的回收率约90%.但经过特殊工艺处理后,锗的回收率可达93%以上.该工艺可操作性强,锗的回收率高,锗的回收成本较低.

Study on extraction technology of germanium in quartz residue containing germanium

HUANG He-ming, LI Guo-hui, HANG Qing-tao

(Nanjing Germanium factory Co. Ltd., Nanjing 211165, China)

Abstract: By alkaline roasting 2.5 h at 820°C and specially treatment, acidify with sulphate acid and distillation et al, germanium is extracted from a quartz residue containing germanium. Results show that the recovery of Germanium can be rised from 90% to 93%.

Key words: quartz residue containing germanium; technolo; germanium recovery