**高铁硫酸锌溶液萃取铟的研究**

**doi**：10.3969/j.issn.1007-7545.2015.05.015

罗文波1，王吉坤1,2

（1.昆明理工大学 冶金与能源工程学院，昆明 650093；2.云南冶金集团总公司，昆明 650031）

**摘要**：采用D2EHPA对高铁硫酸锌溶液中的铟进行萃取，考察了萃取剂浓度、混合时间、相比、温度、料液酸度对铟萃取率的影响。结果表明，在D2EHPA浓度20%、混合时间2 min、相比(O/A)=1/10、温度20 ℃、料液酸度30 g/L的最佳条件下，经过两级逆流萃取，料液中的铟萃取率达到98.5%以上。

**关键词**：萃取；铟；铟铁分离；逆流萃取

**中图分类号：TF843.1 文献标志码：A 文章编号：1007-7545（2015）05-0000-00**

**Study on Indium Extraction from High Iron-bearing Zinc Sulfate Solution**

LUO Wen-bo1，WANG Ji-kun1,2

(1. Faculty of Metallurgical and Energy Engineering, Kunming University of Science and Technology, Kunming 650093, China；2. Yunnan Metallurgy Group Company, Kunming 650031, China)

**Abstract:** Indium was extracted from zinc sulfate solution containing high concentration of iron by D2EHPA. The effects of D2EHPA concentration, mixing time, phase ratio, temperature, and acidity of feed liquid on indium extraction rate were investigated. The results show that indium extraction rate is 98.5% above after 2-stage countercurrent extraction under the optimum conditions including D2EHPA concentration of 20%, mixing time of 2 min, phase ratio of O/A=1/10, temperature of 20 ℃, and acidity of feed liquid of 30 g/L.

**Key words:** extraction; indium; indium-iron separation; countercurrent extraction

铟的性能优良，主要应用于电子电工材料、机械制造工业、玻璃陶瓷、医疗等[1]。铟属于稀散金属，多伴生于其他矿石中，没有单独具有开采价值的矿体，提铟的原料多为铅锌冶炼工艺的废渣和烟尘[2-9]，无论采取何种工艺提铟，萃取过程都是其中一个重要环节，而且还直接影响铟的回收率，因此有必要对浸出液中的铟进行萃取试验研究。铟的萃取剂种类众多[10]，考虑到D2EHPA具有性能稳定、萃取能力强、萃取速度快、价格较便宜等优点[11]，本试验采用D2EHPA来萃取高铁硫酸锌溶液中的铟。

**1 试验原理及原料**

D2EHPA为酸性磷型萃取剂，其主要成分为二（2－乙基已基）磷酸，通常以二聚体存在，D2EHPA萃取铟的机理[12]如下：

$In^{3+}+3\left[H\_{2}A\_{2}\right]⇔\left[InA\_{3}∙3HA\right]+3H^{+}$ (1)

D2EHPA不仅可以萃取铟，也可以萃取其他金属，D2EHPA萃取大部分二价金属要求在较高的pH下，因此控制浸出液的酸度在pH为1以下，则大部分二价金属不会被萃取，而溶液中的三价铁可以在较低的pH下被萃取，为了防止在萃取铟的同时萃取铁，必须在铟萃取前对浸出液中的铁进行还原，使三价铁变为不易在低pH下被萃取的二价铁，从而实现萃取时铟、铁的分离。

试验原料为已经还原溶液中三价铁的加压酸浸液，主要成分为（g/L）：Zn2+ 35.45、Fe 22.50、Fe2+ 21.55、Fe3+ 0.95、H2SO4 30.50、In3+ 0.75。

**2 试验结果及讨论**

影响D2EHPA萃取铟的因素主要有萃取剂浓度、混合时间、相比、温度、料液酸度等。本文先进行单因素试验，找出最优萃取工艺条件，然后进行多级逆流萃取试验。

**2.1 单级萃取因素试验**

**2.1.1 有机相D2EHPA浓度**

试验条件：相比(O/A)=1/10、混合时间5 min、温度20 ℃，有机相D2EHPA浓度对铟萃取率的影响如图1所示。

**收稿日期：**2014-12-07

**作者简介：**罗文波（1983-），男，广西柳州人，博士研究生



**图1 萃取剂浓度对铟萃取率的影响**

**Fig.1 Effect of extractant concentration on indium extraction rate**

由图1可看出，铟萃取率随有机相中萃取剂浓度的增加而增加，但当萃取剂浓度达到20%后铟萃取率增速变缓，同时增加有机相中萃取剂浓度也会使有机相变得黏稠不易分相，因此萃取剂D2EHPA浓度宜取20%。

**2.1.2 混合时间**

试验条件：D2EHPA浓度20%、相比(O/A)=1/10、温度20 ℃，混合时间对铟萃取率的影响如图2所示。



**图2 混合时间对铟萃取率的影响**

**Fig.2 Effect of mixing time on indium extraction rate**

从图2可见，铟萃取率随混合时间的增加而增加，当混合时间为2 min时铟的萃取率为95.5%，再继续延长混合时间，铟的萃取率增加变缓，故混合时间取2 min。

**2.1.3 相比**

试验条件：D2EHPA浓度20%、混合时间2 min、温度20 ℃，萃取相比对铟萃取率的影响如图3所示。



**图3 相比对铟萃取率的影响**

**Fig.3 Effect of phase ratio on indium extraction rate**

图3表明，当固定有机相中萃取剂浓度时，增加相比会增加萃取剂的用量，虽然能使式(1)向右进行，增加铟的萃取率，但是也会造成萃取剂的浪费，还会增加其他杂质金属的萃取率，对萃取提铟不利。当相比(O/A)为1/10时铟萃取率已达95.5%，萃取效果已非常好，所以相比(O/A)宜取1/10。

**2.1.4 温度**

试验条件：D2EHPA浓度20%、混合时间2 min、相比(O/A)=1/10，温度对铟萃取率的影响如图4所示。



**图4 温度对铟萃取率的影响**

**Fig.4 Effect of temperature on indium extraction rate**

由图4可看出，随着温度的增加，铟萃取率逐步降低，温度对铟萃取是不利因素，宜在较低温度下进行铟的萃取。

**2.1.5 料液酸度**

试验条件：D2EHPA浓度20%、混合时间2 min、相比(O/A)=1/10、温度20 ℃，通过调节料液的硫酸浓度，考察酸度对铟萃取率的影响，结果如图5所示。



**图5 料液酸度对铟萃取率的影响**

**Fig.5 Effect of acidity of feed liquid on indium extraction rate**

从图5可知，随着料液酸度的降低，铟萃取率逐步增加，料液酸度在30 g/L时铟萃取率达到95.5%。这是因为料液酸度低时铟萃取反应式(1)向右进行，但是其他二价金属和三价铁在料液酸度较低时萃取率也相应增加，所以为提高铟萃取的选择性，料液酸度取加压浸出液原始酸度30 g/L左右为宜。

**2.2 多级逆流萃取**

上述单级萃取在D2EHPA浓度20%、混合时间2 min、相比(O/A)=1/10、温度20 ℃、料液酸度30 g/L的较佳条件下，铟萃取率为95.5%，还达不到生产指标的要求，需要进行多级逆流萃取来提高铟的萃取率。

**2.2.1 理论级数的确定**

要确定萃取的理论级数，先要绘制出铟萃取等温线，方法如下：将配制的一系列不同浓度的铟溶液，在20 ℃下固定相比(O/A)=1/10，用同一D2EHPA浓度为20%的有机相与不同浓度的铟配制液进行混合萃取，分析每次萃取平衡后水相与有机相中铟的浓度，萃取等温线如图6所示。



**图6 萃取平衡等温线**

**Fig.6 Extraction equilibrium isotherm**

用MC-Cabe-Thiele图解法估算逆流萃取级数，结果如图6所示。可以看出，要达到料液中残余铟为10 mg/L以下，即铟萃取率达到98.5%以上，必须进行两段逆流萃取。

**2.2.2 萃取级数的确定**

按上述单级萃取最佳条件，通过摇瓶试验模拟多级逆流萃取，结果如表1所示。

**表1 逆流萃取试验结果**

**Table 1 Result of countercurrent extraction**

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| 萃取级数 | 萃余液/(g·L-1) | 负载有机相/(g·L-1) | 萃取率/% |
| In | Fe | H2SO4 | In | Fe | In | Fe |
| 1 | 0.034 | 22.31 | 31.43 | 7.37 | 3.12 | 95.5 | 1.39 |
| 2 | 0.010 | 22.20 | 31.67 | 7.49 | 3.88 | 98.7 | 1.72 |
| 3 | 0.006 | 22.01 | 31.56 | 7.46 | 4.54 | 99.2 | 2.02 |

从表1可以看出，经过两级逆流萃取，铟的萃取率达到了98.5%以上，与理论计算相符，而铁的萃取率只有1.72%，可以实现浸出液中铟的高效萃取及铟、铁的分离；另外，随着萃取级数的增加，铁的萃取率也在增加。这是因为D2EHPA萃取铟的速率快于铁，随着萃取级数的增加，两相混合时间增加，铁的萃取率也就会增加，所以采用两级逆流萃取即可。

**3 结论**

D2EHPA萃取铟的最佳的条件为：D2EHPA浓度20%、混合时间2 min、相比(O/A)=1/10、温度20 ℃、料液酸度30 g/L。在此萃取条件下经过两段逆流萃取，铟的萃取率可以达到98.7%，而铁的萃取率只有1.72%，可以实现铟、铁的分离。

**参考文献**

[1] 朱协彬，段学臣. 铟的应用现状及发展前景[J]. 稀有金属与硬质合金，2008，36(1)：51-55.

[2] 王树楷. 铟冶金[M]. 北京：冶金工业出版社，2007：72-89.

[3] 王继民，曹洪杨，吴斌秀，等. 氧压酸浸法从脱锌氧化硬锌渣中选择性浸出锗和铟[J]. 有色金属（冶炼部分），2013(3)：47-50.

[4] 王建芳，庄素凯，杨和平，等. 从锌冶炼废渣中回收铟的技术及生产实践[J]. 有色金属（冶炼部分），2013(5)：40-43.

[5] 宁顺明，陈志飞. 从黄钾铁矾渣中回收锌铟[J]. 中国有色金属学报，1997，7(3)：56-58.

[6] 江秋月. 高铅硅锌渣绿色回收锗铟的新工艺研究[J]. 有色金属（冶炼部分），2014(4)：51-53.

[7] Alfantazi A M，Moskalyk R R. Processing of indium: a review[J]. Minerals Engineering，2003，16：687-694.

[8] 杨永强，王成彦，杨玮娇，等. 锌烟灰焙砂浸出铟、锗、锌的研究[J]. 有色金属（冶炼部分），2014(7)：11-13.

[9] Barakat M A. Recovery of lead, tin and indium from alloy wire scrap[J]. Hydrometallurgy，1998，49(1/2)：63.

[10] 俞小花，谢刚，王吉坤，等. 酸性介质中萃取铟的研究[J]. 云南冶金，2006，35(4)：28-32.

[11] 刘静源，张旭，郑治龙，等. 用P204从鼓风炉烟尘浸出液中萃取铟的试验研究[J]. 湿法冶金，2007，26(4)：202-205.

[12] 范元俊. 从铅烟尘中提取铟的萃取试验与实践[J]. 湖南有色金属，2000，16(增刊1)：1-6.