



(12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 115304093 A

(43) 申请公布日 2022.11.08

(21) 申请号 202210957087.6

(22) 申请日 2022.08.10

(71) 申请人 李晓清

地址 310013 浙江省杭州市西湖区浙大路
38号

(72) 发明人 李晓清

(74) 专利代理机构 北京中济纬天专利代理有限公司 11429

专利代理师 陈月红

(51) Int. Cl.

C01G 3/02 (2006.01)

C01G 5/00 (2006.01)

C01G 9/02 (2006.01)

C01G 53/04 (2006.01)

权利要求书2页 说明书4页 附图1页

(54) 发明名称

一种基于氨循环体系的高纯氧化铜的连续生产工艺

(57) 摘要

本发明公开了一种基于氨循环体系的高纯氧化铜的连续生产工艺,本发明涉及化工相关领域,包括对铜粉及铜原料进行氨浸络合反应,对反应后的浸出液进行过滤、通过汽提解除铜氨络合后制备氧化铜的过程,本发明通过将铜原料制成金属铜粉或氧化铜粉,再进行氨浸络合反应,氨浸反应连续进行;汽提解除络合反应在汽提塔内连续进行,该工艺具有连续稳定生产,能耗低,废水废气量少的特点,因此本工艺具有重要的经济效益和社会效益,本工艺也可用于镍原料生产氢氧化镍或氧化镍;可用于锌原料生产氧化锌;可用于银原料生产氧化银;可用于镍钴混合原料生产镍钴二元氢氧化物;可用于镍钴锰混合原料生产镍钴锰三元氢氧化物。



1. 一种基于氨循环体系的高纯氧化铜的连续生产工艺,其特征在于:包括以下步骤:

步骤一:对铜原料或铜粉进行氨浸络合反应;

步骤二:对步骤一中反应后的浸出液进行过滤,得到过滤液和滤饼,滤饼为未被浸出的铜粉或杂质,回到步骤一或后处理,过滤液为铜氨络合溶液;

步骤三:铜氨络合溶液先与塔釜液换热,再进入到汽提脱氨塔内进行铜氨解络合反应和氢氧化铜分解生成氧化铜反应,汽提过程产出两部分产物,一部分为含氧化铜固体的塔釜液,另一部分为氨水,加水重新配置成步骤一中氨浸络合反应所需的氨浸液,使其进入到步骤一中,完成氨循环;

步骤四:对步骤三的塔釜液进行处理;

步骤五:对步骤四中塔釜液处理后的过滤液进行处理。

2. 根据权利要求1所述的一种基于氨循环体系的高纯氧化铜的连续生产工艺,其特征在于:所述步骤一中铜原料包括电解铜、铜板、氧化铜或其他铜原料。

3. 根据权利要求1所述的一种基于氨循环体系的高纯氧化铜的连续生产工艺,其特征在于:步骤一中如果反应物是铜,则铜与氨水混合,并在反应器中通入氧气、空气、双氧水、臭氧或其他氧化剂,进行氨浸氧化反应;如果反应物是氧化铜,则直接与氨水混合进行氨浸反应,反应过程中保持氨质量含量在5-20%,氨浸络合反应时间在0.5-20个小时,反应温度控制在20-150度之间,压力为0-1.0MPa之间。

4. 根据权利要求1所述的一种基于氨循环体系的高纯氧化铜的连续生产工艺,其特征在于:步骤二中对浸出液进行过滤,得到过滤液,滤液其主要成分为水、氨、铜氨络合物,根据实际产品和能耗要求,可在过滤液中加入适量的液碱,形成铜氨络合碱性溶液。

5. 根据权利要求1所述的一种基于氨循环体系的高纯氧化铜的连续生产工艺,其特征在于:步骤三中塔釜液从中上部进入汽提脱氨塔内,在汽提脱氨塔的塔釜直接加入蒸汽或通过再沸器间接加蒸汽,使汽提塔溶液处于高温情况下,铜氨络合物发生解络反应,生成氢氧化铜固体、氨,而氢氧化铜在高温水溶液情况下进行分解反应得到氧化铜和水。汽提过程也发生氨与水的分离。汽提过程完成后,塔顶得到产物为氨和水的混合蒸汽,塔釜得到产物为液态水及氧化铜混合物。

6. 根据权利要求1所述的一种基于氨循环体系的高纯氧化铜的连续生产工艺,其特征在于:步骤三中配制的混合液为其本身冷凝的氨与水的混合液,在其内通适量的水,控制氨含量在5-20%范围内,定期补充损耗的氨,确保氨浸液的氨平衡,形成步骤二中反应所需的氨浸液,完成氨循环利用。

7. 根据权利要求1所述的一种基于氨循环体系的高纯氧化铜的连续生产工艺,其特征在于:步骤四中塔釜液经过预热器后降温到60度以内,再去过滤,滤饼用水洗涤后,干燥后制成活性氧化铜外售,或可去其他车间还原制铜粉。

8. 根据权利要求1所述的一种基于氨循环体系的高纯氧化铜的连续生产工艺,其特征在于:步骤五中过滤液中含少量的氨和氧化铜,去废水处理或循环利用。

9. 根据权利要求1所述的一种基于氨循环体系的高纯氧化铜的连续生产工艺,其特征在于:所述步骤一中铜原料能够用镍原料替换,从而生产氢氧化镍或氧化镍,所述步骤一中铜原料能够用锌原料代替,从而生产氧化锌,所述步骤一中铜原料能够用银原料代替,从而生产氧化银,所述步骤一中铜原料能够用镍钴混合物原料代替,从而生产镍钴二元氢氧化

物,所述步骤一中铜原料能够用镍钴锰混合物原料代替,从而生产镍钴锰三元氢氧化物。

一种基于氨循环体系的高纯氧化铜的连续生产工艺

技术领域

[0001] 本发明涉及化工相关领域,具体为一种基于氨循环体系的高纯氧化铜的连续生产工艺。

背景技术

[0002] 氧化铜是一种无机物,化学式CuO,是一种铜的黑色氧化物,略显两性,稍有吸湿性,不溶于水和乙醇,易溶于酸,对热稳定,高温下分解出氧气,氧化铜主要用于制人造丝、陶瓷、釉及搪瓷、电池、石油脱硫剂、杀虫剂,也供制氢、催化剂、绿色玻璃等用,现有的生产工艺能耗较高,反应物不可重复利用,稳定性较差。

发明内容

[0003] 本发明的目的在于提供一种基于氨循环体系的高纯氧化铜的连续生产工艺,以解决上述背景技术中提出的问题。

[0004] 为实现上述目的,本发明提供如下技术方案:一种基于氨循环体系的高纯氧化铜的连续生产工艺,包括以下步骤:

[0005] 步骤一:对铜原料或铜粉进行氨浸络合反应

[0006] 其中铜原料包括电解铜、铜板、氧化铜或其他铜原料;

[0007] 氨浸络合反应时:

[0008] 若反应物是铜,则铜与氨水混合,并在反应器内通入氧气、空气、双氧水、臭氧或其他氧化剂进行氧化氨浸反应;

[0009] 若反应物是氧化铜,则直接与氨水混合进行氨浸反应,反应过程中保持氨质量含量在5-20%,氨浸络合反应时间在0.5-20个小时,反应温度控制在20-150度之间,压力为0-1.0MPa之间;

[0010] 其反应公式为:

[0011] $2\text{Cu}+8\text{NH}_3+2\text{H}_2\text{O}+\text{O}_2\longrightarrow 2\text{Cu}(\text{NH}_3)_4(\text{OH})_2$

[0012] 氨浸络合反应过程为连续反应过程,其反应器为釜式反应器、连续多釜串联反应器、卧式多级搅拌釜、管道反应器、振荡流管式反应器、超重力连续反应器、撞击流连续反应器的一种或几种组合;

[0013] 步骤二:对步骤一中反应后的浸出液进行过滤,得到过滤液和滤饼,滤饼为未被浸出的铜粉或杂质,回到步骤一或后处理。

[0014] 其中过滤是将反应后溶液中的杂质,比如铁、锡、氢氧化铝及未被浸出的铜过滤,滤饼洗涤后去步骤一或后处理,过滤得到过滤液,其主要成分为水、氨、铜氨络合物;根据产品和能耗的要求,可在过滤液中加入适量的液碱,形成铜氨络合碱性溶液;

[0015] 步骤三:铜氨络合溶液先与塔釜液换热,再从汽提脱氨塔中上部进入塔内,在汽提塔内进行两种过程,一是铜氨解络合反应和氢氧化铜分解生成氧化铜;二是氨与水分离过程。汽提完场后产出两部分产物,一部分为含氧化铜固体的塔釜液;另一部分为氨水,加入

适量的水进行配制,重新形成步骤一中氨浸络合反应所需的氨浸液,使其进入到步骤一中,完成氨循环。

[0016] 在汽提脱氨塔的塔釜直接加入蒸汽或通过再沸器间接加蒸汽,使汽提塔溶液处于高温情况下,铜氨络合物发生解络反应,生成氢氧化铜固体、氨,而氢氧化铜在高温水溶液情况下进行分解反应得到氧化铜和水,反应完成后,最终塔顶的产物为氨和水的混合蒸汽,塔釜的产物为液态水及氧化铜固体混合物。

[0017] 汽提脱氨塔为系统的主要装置,具有塔板效率高的优点,还能容纳高含量的固体悬浮物通过而不发生堵塞故障,保证了装置连续稳定运行的可靠性;

[0018] 冷凝器为管壳式换热器;

[0019] 配制的混合液为其本身冷凝的氨与水的混合液,在其内通适量的水,控制氨含量在5-20%范围内,定期补充损耗的氨,确保氨浸液的氨平衡,形成步骤二中反应所需的氨浸液,完成氨循环利用;

[0020] 氨浸液配置装置即可以采用间歇生产模式也可采用连续生产方式,可采用搅拌釜、静态混合器、管道反应器的一种或几种组合进行复配反应;

[0021] 预热器为板式换热器、列管换热器、螺旋式换热器的一种或几种组合。

[0022] 步骤四:对汽提脱氨后的塔釜液进行处理

[0023] 塔釜液与铜氨络合溶液换热后,被降温到60度以内,再去过滤,滤饼用水洗涤后,干燥后制成活性氧化铜外售,或可去其他车间还原制铜粉;

[0024] 步骤五:对步骤四中塔釜液处理后的过滤液进行处理

[0025] 步骤四中过滤液中含少量的氨和氧化铜,去废水处理。

[0026] 作为优选,所述步骤一中铜原料能够用镍原料替换,从而生产氢氧化镍或氧化镍,所述步骤一中铜原料能够用锌原料替换,从而生产氧化锌,所述步骤一中铜原料能够用银原料替换,从而生产氧化银,所述步骤一中铜原料能够用镍钴混合物原料替换,从而生产镍钴二元氢氧化物,所述步骤一中铜原料能够用镍钴锰混合物原料替换,从而生产镍钴锰三元氢氧化物。

[0027] 综上所述,本发明有益效果是:

[0028] 1、本发明通过将铜原料制成金属铜粉或氧化铜粉,增加气、液、固的反应界面,再进行氨浸络合反应,氨浸反应连续进行;汽提解除络合反应在汽提塔内进行,该工艺具有连续稳定生产,能耗低,废水废气量少的特点,因此本工艺具有重要的经济效益和社会效益。

[0029] 2、本发明也可用于镍原料生产氢氧化镍或氧化镍;可用于锌原料生产氧化锌;可用于银原料生产氧化银;可用于镍钴混合原料生产镍钴二元氢氧化物;可用于镍钴锰混合原料生产镍钴锰三元氢氧化物。

附图说明

[0030] 为了更清楚地说明发明实施例或现有技术中的技术方案,下面将对实施例或现有技术描述中所需要使用的附图作简单地介绍,显而易见地,下面描述中的附图仅仅是发明的一些实施例,对于本领域普通技术人员来讲,在不付出创造性劳动的前提下,还可以根据这些附图获得其他的附图。

[0031] 图1为本发明一种基于氨循环体系的高纯氧化铜的连续生产工艺整体流程结构示

意图；

[0032] 图2为本发明图1中结构流程示意图。

具体实施方式

[0033] 本说明书中公开的所有特征,或公开的所有方法或过程中的步骤,除了互相排斥的特征和/或步骤以外,均可以以任何方式组合。

[0034] 本说明书(包括任何附加权利要求、摘要和附图)中公开的任一特征,除非特别叙述,均可被其他等效或具有类似目的的替代特征加以替换。即,除非特别叙述,每个特征只是一系列等效或类似特征中的一个例子而已。

[0035] 下面结合图1-2对本发明进行详细说明,其中,为叙述方便,现对下文所说的方位规定如下:下文所说的上下左右前后方向与图1视图方向的前后左右上下的方向一致,图1为本发明装置的正视图,图1所示方向与本发明装置正视方向的前后左右上下方向一致。

[0036] 请参阅图1-2,本发明提供一种实施例:一种基于氨循环体系的高纯氧化铜的连续生产工艺,包括以下步骤:

[0037] 步骤一:对铜原料或铜粉进行氨浸络合反应

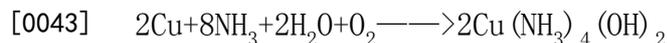
[0038] 其中铜原料包括电解铜、铜板、氧化铜或其他铜原料;

[0039] 氨浸络合反应时:

[0040] 若反应物是铜,则与氨水混合,并在反应器内通入氧气、空气、双氧水、臭氧或其他氧化剂进行氧化氨浸反应;

[0041] 若反应物是氧化铜,则直接与氨水混合进行氨浸反应,在反应过程中,保持氨质量含量在5-20%,氨浸络合反应时间在0.5-20个小时,反应温度控制在20-150度之间,压力为0-1.0MPa之间;

[0042] 其反应公式为:



[0044] 氨浸络合反应过程为连续反应过程,其反应器为釜式反应器、连续多釜串联反应器、卧式多级搅拌釜、管道反应器、振荡流管式反应器、超重力连续反应器、撞击流连续反应器的一种或几种组合;

[0045] 步骤二:对步骤一中反应后的浸出液进行过滤,得到过滤液和滤饼,滤饼为未被浸出的铜粉或杂质,回到步骤一或去后处理。

[0046] 其中过滤是将反应后溶液中的杂质,比如铁、锡、氢氧化铝及未被浸出的铜过滤,滤饼洗涤后去后处理,得到过滤液,其主要成分为水、氨、铜氨络合物;根据产品和能耗的要求,可在过滤液中加入适量的液碱,形成铜氨络合碱性溶液,并使处理后的滤饼回到步骤一中或去后处理;

[0047] 步骤三:铜氨络合溶液先与塔釜液换热,再进入到汽提脱氨塔内进行铜氨解络合反应和氢氧化铜分解生成氧化铜,汽提过程产出两部分产物,一部分为含氧化铜固体的塔釜液,另一部分为氨水,对混合液进行配制,重新形成步骤一中氨浸络合反应所需的氨浸液,使其进入到步骤一中,完成氨循环

[0048] 铜氨络合混合液从中上部进入汽提脱氨塔内,汽提脱氨塔的塔釜直接加入蒸汽或通过再沸器间接加蒸汽,使汽提塔溶液处于高温情况下,铜氨络合物发生解络反应,生成氨

氧化铜固体、氨，而氢氧化铜在高温水溶液情况下进行分解反应得到氧化铜和水，反应完成后，最终塔顶得到产物为氨和水的混合蒸汽，塔釜得到产物为液态水及氧化铜固体混合物；

[0049] 汽提脱氨塔为系统的主要装置，具有塔板效率高的优点，还能容纳高含量的固体悬浮物通过而不发生堵塞故障，保证了装置连续稳定运行的可靠性；

[0050] 冷凝器为管壳式换热器；

[0051] 配制的混合液为其本身冷凝的氨与水的混合液，在其内通适量的水，控制氨含量在5-20%范围内，定期补充损耗的氨，确保氨浸液的氨平衡，形成步骤二中反应所需的氨浸液，完成氨循环利用；

[0052] 氨浸液配置装置即采用间歇生产模式也可采用连续生产方式，可采用搅拌釜、静态混合器或管道反应器的一种或几种组合进行复配反应；

[0053] 预热器为板式换热器、列管换热器、螺旋式换热器的一种或几种组合；

[0054] 步骤四：对汽提脱氨后的塔釜液进行处理

[0055] 塔釜液与铜氨络合溶液换热后，被降温到60度以内，再去过滤，滤饼用水洗涤后，干燥后制成活性氧化铜外售，或可去其他车间还原制铜粉；

[0056] 步骤五：对步骤四中塔釜液处理后的过滤液进行处理

[0057] 步骤四中过滤液中含少量的氨和氧化铜，去废水处理。

[0058] 另外，在一个实施例中，所述步骤一中铜原料能够替换为镍原料，从而生产氢氧化镍或氧化镍，所述步骤一中铜原料能够替换为锌原料，从而生产氧化锌，所述步骤一中铜原料能够替换为银原料，从而生产氧化银，所述步骤一中铜原料能够替换为镍钴混合物原料，从而生产镍钴二元氢氧化物，所述步骤一中铜原料能够替换为镍钴锰混合物原料，从而生产镍钴锰三元氢氧化物。

[0059] 以上所述，仅为发明的具体实施方式，但发明的保护范围并不局限于此，任何不经过创造性劳动想到的变化或替换，都应涵盖在发明的保护范围之内。因此，发明的保护范围应该以权利要求书所限定的保护范围为准。

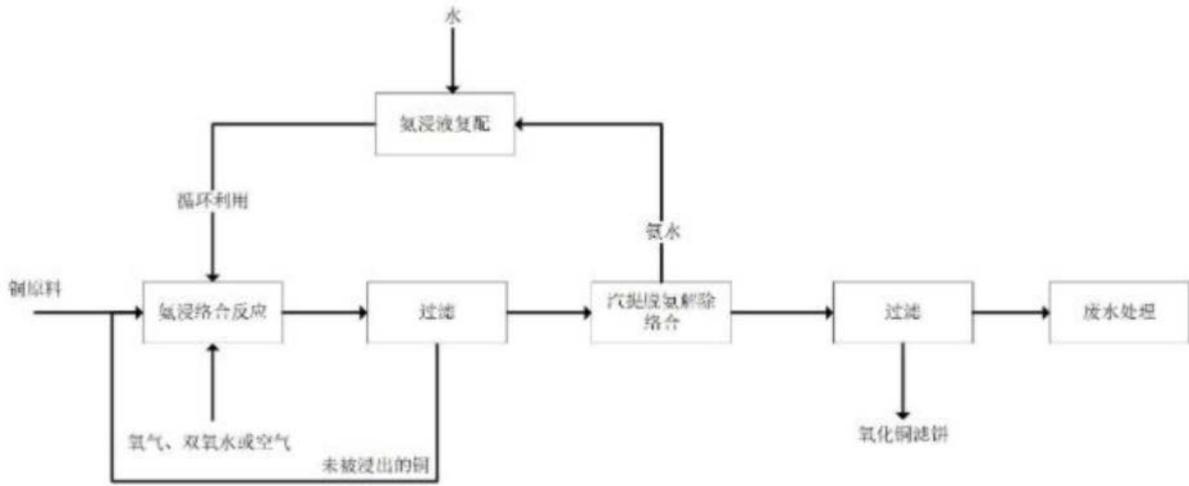


图1

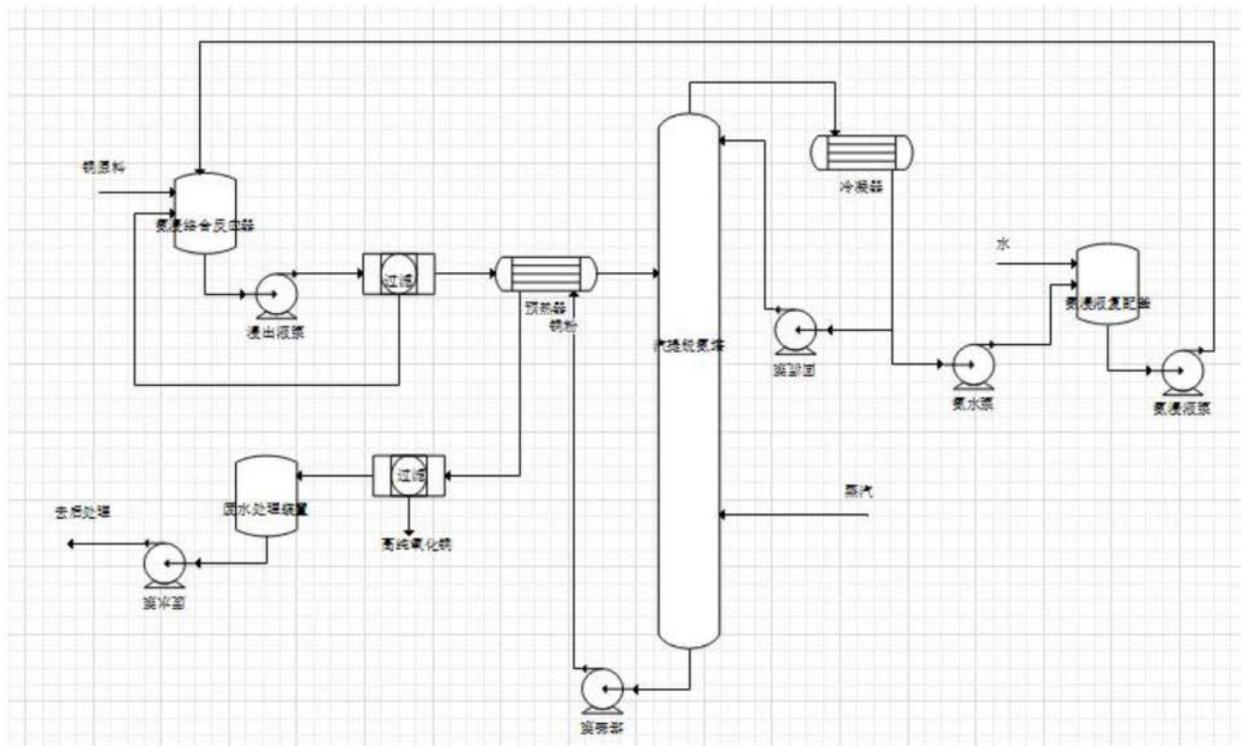


图2