

二氧化碲制备碲粉新工艺生产实践

董竞成¹, 李玉东¹, 叶钟林², 章尚发¹, 王鹏程¹, 李鑫¹, 朱思毅³, 徐勇¹

(1. 云南铜业股份有限公司西南铜业分公司, 云南 昆明 650102; 2. 易门铜业有限公司, 云南 玉溪 651100;
3. 中国铜业有限公司, 云南 昆明 650051)

[摘要] 二氧化碲盐酸浸出-二氧化硫还原是生产碲的新工艺,该工艺流程短、设备配置简单、回收率高,具有较好的应用前景。本文考察该工艺中浸出温度、浸出时间、浸出液固比、预还原时间、还原时间、还原温度等参数对碲回收率的影响,并创新性地提出铁粉深度还原降低后液含碲措施,以提升碲还原率及回收率。主要得到以下结论:在浸出温度 65 ℃、浸出时间 60 min、浸出液固比 3:1、预还原时间 5 min、还原时间 6 h、还原温度 70 ℃ 的条件下,碲的浸出率为 95.5%,还原率为 91.5%,碲粉经洗涤浇铸后可获得满足 Te9995 牌号标准的精碲。通过铁粉深度还原含碲后液,可将碲的还原率进一步提升至 96%,流程碲回收率达 91.68%。相比于电积工艺,新工艺可缩短生产周期 95%,实现了碲产品高效产出与经济效益提升。

[关键词] 二氧化碲; 盐酸浸出; 二氧化硫还原; 预还原; 铁粉深度还原; 电积工艺; 高纯碲粉; 高效冶金

[中图分类号] TF84

[文献标志码] A

[文章编号] 1672-6103(2023)06-0060-07

DOI:10.19612/j.cnki.cn11-5066/tf.2023.06.007

碲作为非金属元素中金属性能最好的稀散元素,以其良好的金属性能被广泛应用于冶金、医药、石油化工、电子电器、玻璃陶瓷、航空航天等领域^[1]。近年来,碲消费呈现日益增长的趋势,碲的应用由传统冶金、石油化工等领域开始向太阳能发电玻璃、半导体、红外探测新兴领域转变,成为重要的战略资源之一。全球 40% 的碲用于光伏太阳能行业,碲化镉(CdTe)薄膜太阳能电池因其成本低、光电转换效率高、温度系数低、镉排放量低等特点,具有广阔的发展趋势和应用前景,是未来碲需求最主要拉动力^[2]。

目前,大部分铜、铅冶炼企业多采用碲化铜/碲渣→碱浸→中和→电积→浇铸→1#碲锭工艺进行碲生产,该工艺虽成熟稳定,但存在生产周期长、劳动

强度大、碲回收率低等问题^[3-5]。李伟等^[6]通过旋流电积技术将碲传统电积周期由 22 d 缩短到 5 d,大幅提高了碲电积效率,但旋流电积设备存在始极片难以安装和取出、碲片难以剥离等问题,无法实现工业化应用。为解决碲电积工艺上述弊端,提升碲生产效率,增强碲产品的创效能力,有学者研究了液膜分离法、吸附法、微生物浸出法、微波处理法等新兴工艺^[7],上述均为试验室研究,未在工业生产上成熟应用。

西南铜业联合相关科研院所开发了二氧化碲浸出-还原-浇铸 1#碲锭的生产工艺,通过近 3 年的生产实践及优化,新工艺日趋成熟稳定,该工艺流程短、设备配置简单、劳动效率高、回收率高,具有较好的应用前景^[8]。本文对二氧化碲盐酸浸出-二氧化硫还原制备碲粉新工艺生产实践中的浸出温度、浸出时间、浸出液固比、预还原时间、还原时间、还原温度等参数进行优化,并创新性地提出铁粉深度还原降低后液含碲措施,以提升碲还原率及回收率,实现碲产品增产创效。

[收稿日期] 2023-06-16 [修订日期] 2023-07-30

[录用日期] 2023-08-03 [出版日期] 2023-12-28

[第一作者] 董竞成(1991—),男,四川巴中人,工程师,主要从事稀贵、稀散金属生产技术研究及管理工作。

[通信作者] 李玉东(1987—),男,河南永城人,工程师,主要从事稀贵、稀散金属生产技术研究及管理工作。

[引用格式] 董竞成,李玉东,叶钟林,等. 二氧化碲制备碲粉新工艺生产实践[J]. 中国有色冶金, 2023, 52(6): 60-66.

1 生产原料、工艺及设备配置

1.1 原料及辅料

1)二氧化碲。原料来源于云南某铜冶炼企业阳极泥处理车间,主要化学成分见表 1。

表 1 二氧化碲化学成分分析结果

Table 1 The compositions of tellurium dioxide

成分	Cu	Pb	Se	Te	Na	S
含量	0.029	0.023	0.22	72.94	0.35	0.045

2)辅料。其他生产辅料主要包括 30% HCl(工业纯,云南钰森商贸有限公司)、Na₂SO₃(分析纯,西陇科学股份有限公司)、液体 SO₂(工业纯,武汉清江化工黄冈有限公司)。

1.2 工艺流程及原理

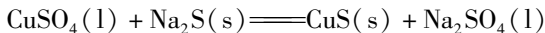
二氧化碲制备碲粉新工艺流程如图 1 所示。将碲化铜经碱浸、中和后产出的二氧化碲按照一定的液固比配入浓盐酸进行浸出,浸出过程中为降低铜等杂质元素含量,加入硫化钠进行净化除杂,铜离子与硫化钠反应生成重金属硫化物沉淀^[9];将净化后的溶液通入二氧化硫进行预还原,预还原利用硒与二氧化硫反应趋势优先于碲的特性,将溶液中的氯化硒还原成单质硒,过滤分离后可将硒去除;对除铜、硒后滤液通入二氧化硫进行还原,过滤、洗涤后得到碲粉产品,碲粉经浇铸产出 1[#]碲锭。

二氧化碲与浓盐酸在高温条件下反应生成四氯化碲溶液,反应方程见式(1)^[10]。



$$\Delta G^\theta = -64.693\,27 + 0.162\,61T \text{ kJ/mol} \quad (1)$$

碲化铜碱浸、中和过程中,有少量的铜离子和硫酸反应生成硫酸铜结晶进入二氧化碲,在二氧化碲浸出过程中,硫酸铜再溶于盐酸成为杂质,为降低杂质铜的影响,加入硫化钠,使其与浸出液中的铜离子形成不溶性硫化物,从而除去溶液中的铜,反应方程见式(2)^[11]。



$$\Delta G^\theta = -309.514\,08 - 0.010\,82T \text{ kJ/mol} \quad (2)$$

二氧化硫将四氯化碲溶液还原成单质碲,并反应生成盐酸及硫酸,其反应方程见式(3)^[9]。

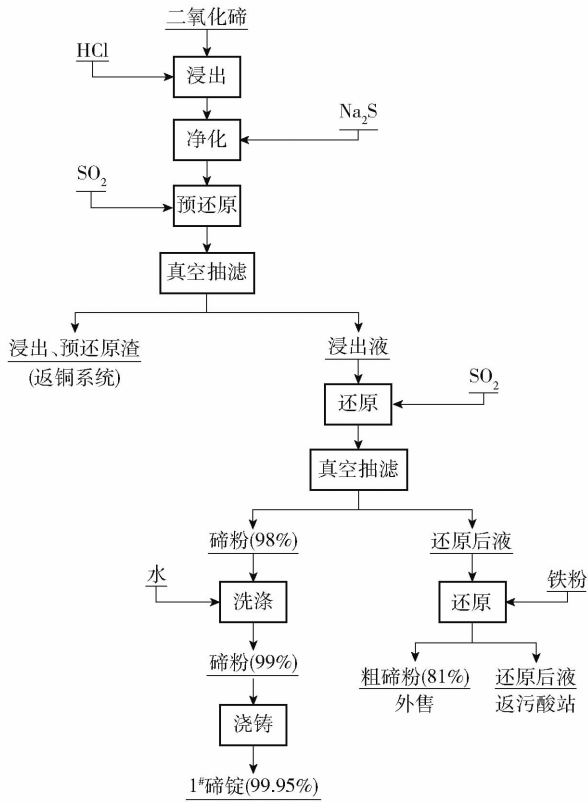
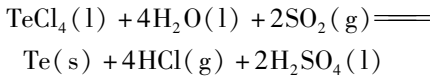


图 1 二氧化碲制备碲粉新工艺流程

Fig. 1 Process flow of novel process for preparing tellurium powder from tellurium dioxide



$$\Delta G^\theta = 13.287\,09 - 0.354\,29T \text{ kJ/mol} \quad (3)$$

图 2 为反应式(1)~(3)的标准吉布斯自由能,根据 HSC5.1 计算得到。图 2 表明,反应(1)~(2)在温度 0~100 ℃ 范围内都可朝正向进行,但二氧化碲与盐酸的反应趋势随着温度升高逐渐降低,硫化钠除铜的反应趋势随着温度升高有小幅度的升高;反应(3)需温度超过 37.5 ℃ 才会发生,随着温度升高,二氧化硫还原四氯化碲反应的吉布斯自由能降低,反应正向进行的趋势增加,因此温度升高有利于二氧化硫还原四氯化碲。

1.3 生产设备配置

二氧化碲浸出在盐酸体系中进行,由于氯离子对钢制材料腐蚀极强,因此反应釜均采用玻璃钢材质,以避免氯离子对设备造成的腐蚀。二氧化碲制备碲粉的主要生产设备信息见表 2。

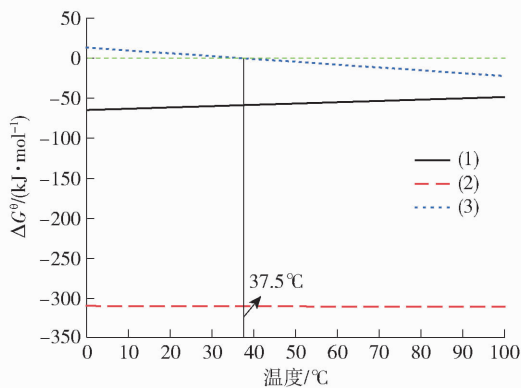


图2 反应(1)~(3)的标准吉布斯自由能

Fig. 2 Standard Gibbs free energy of reactions (1) ~ (3)

表2 二氧化碲还原制备碲粉主要生产设备信息

Table 2 Information about the main production equipment for preparation tellurium powder by reduction tellurium dioxide

设备名称	规格型号	材质	数量/台
浸出釜	Φ1 200 mm × 1 000 mm	玻璃钢	1
盐酸罐	Φ800 mm × 1 000 mm	玻璃钢	1
过滤槽	2 000 mm × 1 000 mm × 1 000 mm	玻璃钢	2
循环水式真空泵	HTB-SZ-1259 m ³ /min 93 kPa	陶瓷	1
还原釜	Φ1 200 mm × 1 000 mm	玻璃钢	2
二氧化碲钢瓶	800 L	碳钢	1
吸收塔	Φ1 640 mm × 6 050 mm	玻璃钢	4

2 生产控制参数优化与讨论

2.1 二氧化碲浸出

2.1.1 浸出温度对浸出率的影响

在二氧化碲加入量 200 kg/釜、搅拌转速 60 r/min、浸出液固比 3:1、浸出时间 60 min 的条件下,考察不同浸出温度对浸出率的影响,结果如图 3 所示。图 3 显示,温度由 35 ℃ 升高至 65 ℃ 时,碲的浸出率由 82.7% 升高至 95.5%,说明温度的升高有利于盐酸与二氧化碲传质接触,能使更多的二氧化碲与盐酸溶液反应生成四氯化碲溶液;继续升高温度至 95 ℃,碲的浸出率有小幅下降趋势,这是由于温度升高,盐酸挥发加快,使得参与反应的盐酸减少,从而碲的浸出率下降。基于节能考虑,选择最佳浸出

温度为 65 ℃。

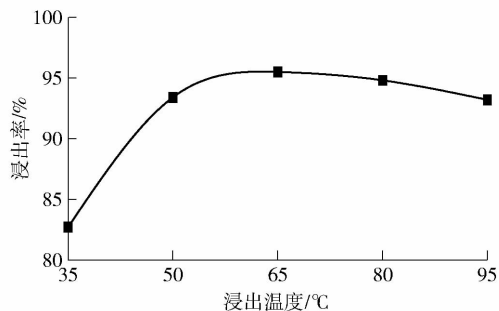


图3 浸出温度对浸出率的影响

Fig. 3 The effect of leaching temperature on leaching rate

2.1.2 浸出时间对浸出率的影响

在二氧化碲加入量 200 kg/釜、搅拌转速 60 r/min、浸出液固比 3:1、浸出温度 65 ℃ 的条件下,考察不同浸出时间对浸出率的影响,结果如图 4 所示。图 4 表明,浸出时间由 30 min 延长至 60 min 时,碲的浸出率由 87.5% 提高至 95.5%,因为延长浸出时间可以使二氧化碲中更多的碲被氯化进入溶液;进一步延长浸出时间至 150 min 时,碲的浸出率出现小幅下降并趋于平稳,这是因为随着浸出时间延长,一方面高温下盐酸挥发量变多,盐酸浓度下降;另一方面,随着浸出时间的延长,二氧化碲中能溶解于盐酸中的碲几乎全部进入溶液。基于生产效率考虑,选择最佳浸出时间为 60 min。

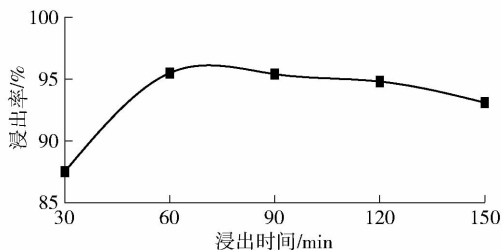


图4 浸出时间对浸出率的影响

Fig. 4 The effect of leaching time on leaching rate

2.1.3 浸出液固比对浸出率的影响

在二氧化碲加入量 200 kg/釜、搅拌转速 60 r/min、浸出时间 60 min、浸出温度 65 ℃ 的条件下,考察不同浸出液固比对浸出率的影响,结果如图 5 所示。图 5 表明,浸出液固比对碲浸出率有显著的影响,在浸出液固比为 1:1 时,碲的浸出率为 64.8%,说明盐酸量不足以将原料中的碲溶解;液固比增加至

3:1时,碲的浸出率由 64.8% 升高至 95.5%,盐酸量的增加提高了碲的溶解能力,碲浸出率升高;继续升高液固比至 5:1,碲的浸出率小幅度升高,但 HCl 消耗量大幅增加。基于生产成本考虑,选择最佳液固比为 3:1。

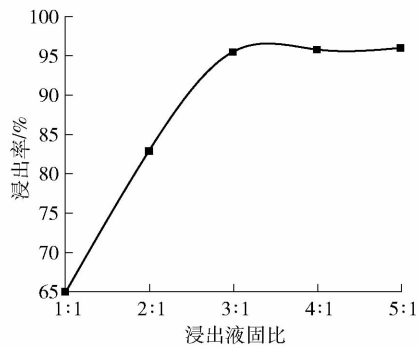


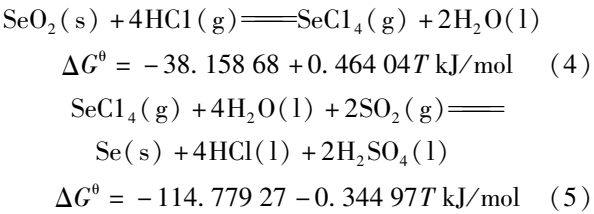
图 5 浸出液固比对浸出率的影响
Fig. 5 The effect of liquid-solid ratio on leaching rate

2.2 预还原

2.2.1 预还原机理

预还原的主要目的是利用二氧化硫还原四氯化硒生成单质硒,过滤后可将硒去除。

浸出过程中,二氧化碲中的硒与盐酸反应生成四氯化硒进入浸出液;在浸出液中通入二氧化硫,四氯化硒则被二氧化硫还原成单质硒,反应方程见式(4)~(5)^[11]。图 6 为 HSC5.1 计算得到的反应式(3)、(5)的标准吉布斯自能。图中显示,二氧化硫还原四氯化硒的反应趋势优先于四氯化碲;温度高于 37.5℃后,四氯化碲还原反应也会发生。因此,短时间通入二氧化硫有利于溶液中的亚硒酸还原成单质硒,达到去除硒的目的。



2.2.1 预还原时间对渣率的影响

在二氧化碲加入量 200 kg/釜、浸出温度 65℃、浸出时间 60 min、浸出液固比 3:1、搅拌转速 60 r/min 条件下,设定预还原工序二氧化硫流量 25 kg/h、预还原温度 65℃,考察不同预还原时间对渣率的影响,结果如图 7 所示。

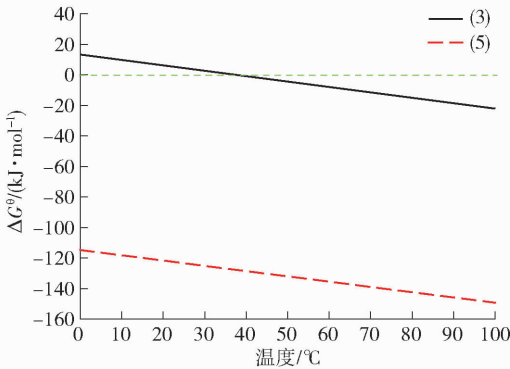


图 6 反应(3)、(5)的标准吉布斯自由能
Fig. 6 Standard Gibbs free energy of reactions (3) and (5)

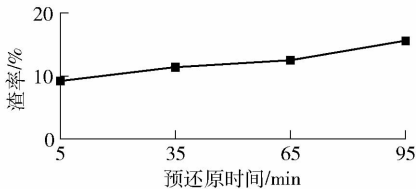


图 7 预还原时间对渣率的影响
Fig. 7 The effect of pre-reduction time on slag ratio

由图 7 可知,预还原时间由 5 min 延长至 95 min 时,渣率由 9.2% 升高至 15.6%。对预还原渣进行成分分析,结果见表 3。表 3 表明,随着预还原时间的延长,渣中碲含量由 87.1% 增加至 96.4%,变化显著,说明溶液中的四氯化碲被还原成单质碲进入了渣中。为避免更多的碲被还原进入渣中,选择最佳预还原时间为 5 min。

表 3 预还原渣化学分析
Table 3 The composition of pre-reduced slag

预还原 时间/min	渣率/%	成分含量/%			
		Te	Se	Pb	Cu
5	9.2	87.1	2.3	0.3	0.25
35	11.4	92.3	1.69	0.14	0.2
65	12.5	94.1	1.28	0.18	0.21
95	15.6	96.4	0.96	0.09	0.11

2.3 二氧化硫还原

2.3.1 还原温度对还原率的影响

在浸出液 600 L/釜、搅拌速率 60 r/min、还原时间 4 h、二氧化硫流量 25 kg/h 的条件下,考察不同还原温度对还原率 $\left(R_{\text{Te}} = \frac{V_{\text{还原前}} \times C_{\text{Te}} - V_{\text{还原后}} \times C_{\text{Te}}}{V_{\text{还原前}} \times C_{\text{Te}}}\right)$

的影响,结果如图 8 所示。图 8 显示,还原温度由 50 ℃ 提高至 70 ℃ 时,碲的还原率由 85.3% 提高至 87.5%,继续升高温度至 90 ℃,碲的还原率在 87% 左右波动。因此,选择最佳还原温度为 70 ℃。

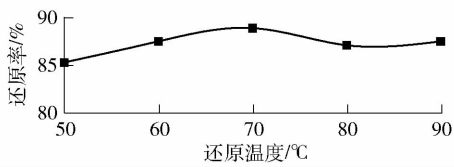


图 8 还原温度对还原率的影响

Fig.8 The effect of reduction temperature on reduction rate

2.3.2 还原时间对还原率的影响

在浸出液 600 L/釜、搅拌速率 60 r/min、还原温度 70 ℃、二氧化硫流量 25 kg/h 的条件下,考察不同还原时间对还原率的影响,结果如图 9 所示。由图 9 可知,还原时间由 2 h 延长至 6 h,碲的还原率由 83.3% 提高至 91.5%,表明溶液中的碲大部分被还原成单质碲;进一步延长还原时间至 10 h,碲还原率小幅度提高至 92%,这是由于溶液中四氯化碲浓度

降低,同时溶液溶解二氧化硫的能力达到饱和,还原速率明显下降。基于节能与环保考虑,选择最佳还原时间为 6 h。

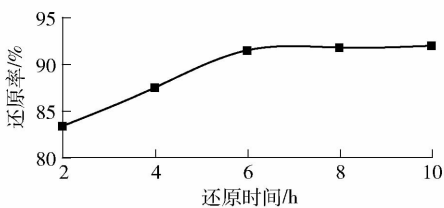


图 9 还原时间对还原率的影响

Fig.9 The effect of reduction time on reduction rate

2.4 洗涤及浇铸

还原碲粉经水洗 3~4 次,直至洗水 pH 值为 6.0~7.0,洗涤后碲粉在中频炉熔铸温度 650 ℃、恒温时间 60 min 条件下进行浇铸;对浇铸后碲锭进行研磨,并采用型号钢研纳克 Plasma 2000 型 ICP-AES 电感耦合原子发射光谱仪进行分析,分析结果见表 4。表 4 数据表明,精碲的杂质元素含量总和小于 0.05%,碲主品位大于 99.95%,产品满足 YS/T 222—2010《碲锭》标准中 Te9995 牌号要求。

表 4 精碲主要化学成分

Table 4 The compositions of refined tellurium %

标准牌号及 分析批次	Mg	As	Se	S	Si	Na	Fe	Bi	Al	Pb	Cu
Te9995	0.002	0.001	0.015	0.004	0.002	0.006	0.004	0.002	0.003	0.004	0.002
1 [#]	<0.000 5	<0.000 5	0.001 3	0.047	0.001 5	<0.001	0.007 4	<0.000 5	<0.000 5	<0.001	<0.000 5
2 [#]	0.000 62	<0.000 5	0.001	0.004	0.001 8	0.005 2	0.001 5	<0.000 5	0.000 5	<0.001	<0.000 5

采用 D/Max-3B 型 X 线衍射仪(日本理学电企仪器有限公司)对精碲进行 X 射线衍射分析,结果如图 10 所示。图 10 显示,精碲物相衍射峰全为 Te,且没有其他杂峰。

2.5 工艺改进优化

在还原温度 70 ℃、还原时间 6 h、搅拌转速 60 r/min、二氧化硫流量 25 kg/h 的条件下,碲的还原率最高达到 91.5%,流程碲回收率为 87.38%,但还原后液中碲含量大于 20 g/L。为此,在还原后液中加入铁粉深度还原回收碲。

铁粉还原碲原理为铁与溶液中的四氯化碲反应生成单质碲与氯化亚铁溶液,反应方程见式(6),标准吉布斯自由能由 HSC5.1 计算得到。深度还原采用的铁粉粒度为 80 目(0.198 mm),单质铁含量为

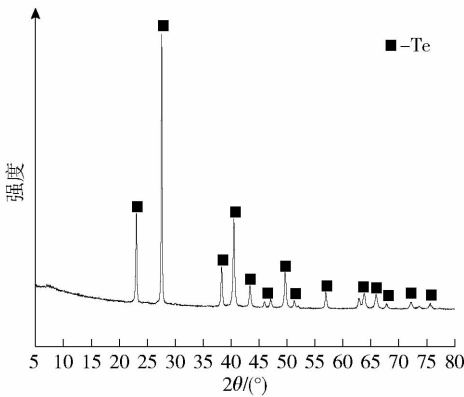
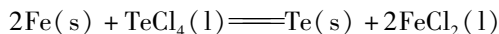


图 10 精碲粉 XRD 图谱

Fig.10 XRD patterns of refined tellurium

95%;在铁粉加入量 10 kg/釜、还原温度 70 ℃、还原

时间 1 h 条件下, 还原后液中的碲含量可降低至 3.91 g/L, 铁粉还原产出粗碲粉品位为 81.2%。铁粉深度还原减少了还原后液中碲的损失, 碲还原率提高至 96%, 流程碲回收率达 91.68%。



$$\Delta G^\theta = -333.88173 - 0.22526T \text{ kJ/mol} \quad (6)$$

2.6 经济效益分析

浸出还原工艺与电积工艺生产效率对比如图 11 所示。生产实践证明, 浸出还原工艺相比电积工艺, 产品周期缩短了约 95%, 产量提高了 4 倍, 生产效率低的问题得到解决。

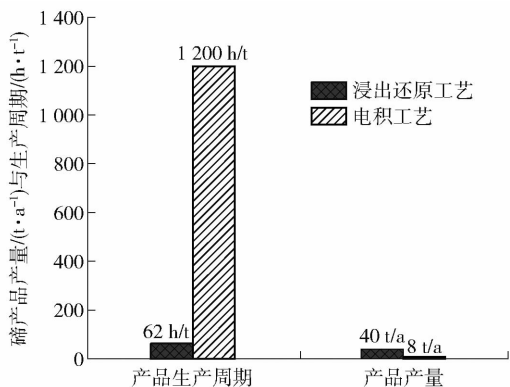


图 11 浸出还原工艺与电积工艺生产效率对比

Fig. 11 Comparison of production efficiency between leaching reduction process and electrowinning process

采用盐酸浸出-二氧化硫还原工艺制备碲粉, 碲产品产量由 2018 年的 8 t/a 提升至 2022 年的 40 t/a。目前 4N 碲价格约为 54 万元/t, 3N 碲价格约为 48 万元/t, 粗碲粉计价销售约为 40 万元/t, 碲产品增产创造经济效益为: $40 \times 48 - 8 \times 54 = 1488$ 万元; 铁粉深度还原回收粗碲粉 3 t, 粗碲粉回收创造经济效益为: $3 \times 40 = 120$ 万元。创造经济效益合计为 $1488 + 120 = 1608$ 万元。

3 结论

本研究对二氧化碲盐酸浸出-二氧化硫还原新工艺制备碲粉的浸出温度、浸出时间、浸出液固比、预还原时间、还原时间、还原温度等参数进行了优化, 并创新性地提出铁粉深度还原降低后液含碲的思路, 主要得出以下结论。

1) 采用盐酸浸出-二氧化硫还原工艺从二氧化

碲中制备碲粉, 固定二氧化碲加入量 200 kg/釜、搅拌转速 60 r/min, 在浸出温度 65 ℃、浸出时间 60 min、浸出液固比 3:1、预还原时间 5 min、还原时间 6 h、还原温度 70 ℃的条件下, 碲的浸出率为 95.5%, 还原率为 91.5%; 还原碲粉经洗涤浇铸后可获得满足 YS/T 222—2010《碲锭》标准中 Te9995 牌号要求的精碲产品。

2) 在铁粉加入量 10 kg/釜、还原温度 70 ℃、还原时间 1 h 条件下, 还原后液(碲含量 20 g/L)中的碲含量可降低至 3.91 g/L, 碲还原率提高至 96%, 流程碲回收率达 91.68%。

3) 相比于二氧化碲电积工艺, 盐酸浸出-二氧化硫还原工艺可缩短产品生产周期约 95%, 实现了碲产品高效产出与经济效益的提升。

[参考文献]

- [1] 程刚, 李啊林. 碲的分离提纯技术研究进展[J]. 稀有金属, 2008, 32(1): 115-120.
CHENG Lili, LI Alin. Progress in research on extracting and refining tellurium [J]. Chinese Journal of Rare Metals, 2008, 32(1): 115-120.
- [2] 肖鹏, 王红军, 叶逢春, 等. 稀散金属碲、碲回收工艺现状与展望[J]. 金属矿山, 2020(4): 52-60.
XIAO Peng, WANG Hongjun, YE Fengchun, et al. Current status and prospects of selenium and tellurium recycling process for scattered metals[J]. Metal Mine, 2020(4): 52-60.
- [3] 贺宇梁, 龙建华, 王春艳. 粗二氧化碲生产精碲工艺研究[J]. 中国有色冶金, 2015, 44(2): 74-77.
HE Yuliang, LONG Jianhua, WANG Chunyan. Study on production of refined tellurium with crude tellurium dioxide [J]. China Nonferrous Metallurgy, 2015, 44(2): 74-77.
- [4] 李彦龙, 李银丽, 李守荣, 等. 从碲化铜渣中回收碲试验研究[J]. 湿法冶金, 2022, 41(6): 534-537.
LI Yanlong, LI Yinli, LI Shourong, et al. Recovery of tellurium from copper-telluride slag [J]. Hydrometallurgy of China, 2022, 41(6): 534-537.
- [5] 杨世莹, 范兴祥, 徐刚芳, 等. 碲化铜渣的硫酸化焙烧-碱浸碲试验研究[J]. 湿法冶金, 2019, 38(3): 177-181.
YANG Shiying, FAN Xingxiang, XU Gangfang, et al. Sulphating roasting and alkali leaching telluride of copper telluride slag [J]. 2022, 41(6): 534-537.
- [6] 李伟, 房孟钊, 余珊, 等. 旋流电积技术在碲电积工艺中的试验探究[J]. 中国有色冶金, 2020, 49(4): 82-89, 95.
LI Wei, FANG Mengzhao, YU Shan, et al. Experimental research on application of swirl electrowinning technology in tellurium electrowinning process [J]. China Nonferrous Metallurgy, 2020, 49(4): 82-89, 95.
- [7] 程籽毅, 朱勋梅, 曾英, 等. 碲的提取研究现状[J]. 矿产保

- 护与利用, 2020, 40(5): 76–89.
- CHENG Ziyi, ZHU Xunmei, ZENG Ying, et al. Research status of tellurium extraction [J]. Conservation and Utilization of Mineral Resources, 2020, 40(5): 76–89.
- [8] 郑雅杰, 陈昆昆. 从溶液中回收稀贵金属的一种方法: 201010266689.0[P]. 2010–08–30.
- ZHENG Yajie, CHEN Kunkun. A method of recovering rare and precious metals from solution: 201010266689.0[P]. 2010–08–30.
- [9] 李玉东, 叶钟林, 沙梅. 分银炉碲渣提取精碲的生产实践 [J]. 稀有金属与硬质合金, 2015, 43(4): 17–19.
- LI Yudong, YE Zhonglin, SHA Mei. Production practice on pure tellurium extraction from tellurium slag in silver smelting furnace [J]. Rare Metals and Cemented Carbides, 2015, 43(4): 17–19.
- [10] 叶钟林, 曹攀, 范科彪, 等. 氧化碲粉催化还原制备精碲实验研究[J]. 冶金工程, 2020, 7(4): 232–244.
- YE Zhonglin, CAO Pan, FAN Kebiao. Experimental research and scale production of refined tellurium from tellurium oxide powder by catalytic reduction method [J]. Metallurgical Engineering, 2020, 7(4): 232–244.
- [11] 王冲, 范兴祥, 罗劲松, 等. 氧化焙烧碲化铜渣-碱浸碲试验 [J]. 有色金属(冶炼部分), 2019(3): 40–43.
- WANG Chong, FAN Xingxiang, LUO Jinsong, et al. Study on alkali leaching telluride from oxidizing roasted copper telluride slag [J]. Nonferrous Metals(Extractive Metallurgy), 2019(3): 40–43.

Production practice of a new process for preparing tellurium powder from tellurium dioxide

DONG Jingcheng¹, LI Yudong¹, YE Zhonglin², ZHANG Shangfa¹, WANG Pengcheng¹,
LI Xin¹, ZHU Siyi³, XU Yong¹

(1. Southwest Copper Branch, Yunnan Copper Co. Ltd., Kunming 650102, China;

2. Yimen Copper Co. Ltd., Yuxi 651100, China; 3. China Copper Co. Ltd., Kunming 6500051, China)

Abstract: HCl leaching-SO₂ reduction is a new process for the production of tellurium. Because of the short process, the simple equipment configuration, the high recovery rate, it has a good application prospect. In this paper, the effects of leaching temperature, leaching time, leaching liquid-solid ratio, pre-reduction time, reduction time, reduction temperature and other parameters on tellurium recovery rate were investigated. In order to improve the tellurium reduction rate and recovery rate, the measures of deep reduction of by iron powder were innovatively proposed. The main conclusions are as follows, under the conditions of leaching temperature 65 °C, leaching time 60 min, leaching liquid-solid ratio 3:1, pre-reduction time 5 min, reduction time 6 h and reduction temperature 70 °C, the leaching rate of tellurium is 95.5%, and the reduction rate is 91.5%. After washing and casting, the tellurium powder can be obtained to meet the Te9995 standard. The reduction rate of tellurium can be further increased to 96% by deep reduction of tellurium-containing solution with iron powder, and the recovery rate of tellurium in the process is 91.68%. Compared with the electrowinning process, the new process can shorten the production cycle by 95%, and realize the efficient output of tellurium products and the improvement of economic benefits.

Key words: tellurium dioxide; HCl leaching; SO₂ reduction; pre-reducing; deep reduction by iron powder; electrodeposition process; high pure tellurium powder; efficient metallurgy