

引文格式:季群,季成,唐朝波,等.采用甘油碘化钾法从粗铟中深度除镉[J].中国有色冶金,2026,55(3):79-85.

Ji Qun, Ji Cheng, TANG Chaobo, et al. Deep removal of cadmium from crude indium by the glycerol-potassium iodide method[J]. China Nonferrous Metallurgy, 2026, 55(3): 79-85.

采用甘油碘化钾法从粗铟中深度除镉

季 群¹, 季 成¹, 唐朝波², 杨建广², 卿建荣¹, 殷 彪¹, 唐施阳²

(1. 宁夏天宝科技有限公司, 宁夏 银川 751601; 2. 中南大学 冶金与环境学院, 湖南 长沙 410083)

[摘 要] 铟与镉的性质相近,导致现有铟冶炼工艺所获得的粗铟中镉含量偏高,难以达到市场对铟纯度的要求。甘油碘化钾工艺利用铟与杂质元素对碘亲和力的差异,选择性将镉转变为碘化物,可实现对镉的定向除杂。本文以粗铟作为原料,采用甘油碘化钾法开展粗铟精炼,深度脱除其中的杂质;同时采用单因素条件实验法获得了粗铟精炼除镉的最佳工艺条件,并进行了验证试验,得到以下主要结论。单因素试验得到的最优工艺条件为精炼温度 190℃、精炼时间 10 min、液固比 8:1、I₂-KI 过量系数 3,该条件下,精炼后铟中镉含量降至 250 ppm (10⁻⁶),铟纯度提升至 99.93%,直收率达到 98.60%。研究结果表明,该工艺可高效脱除粗铟中的镉,同时协同脱除砷、硅、铈等杂质,显著提升铟的纯度,并保持较高的直收率。结果可为粗铟的高效初步精炼提供技术支撑。

[关键词] 粗铟; 精炼除杂; 除镉; 甘油碘化钾法; 协同除杂

[中图分类号] TF843; TF803.2*5 **[文献标识码]** A **[文章编号]** 1672-6103(2026)03-0079-07

DOI: 10.19612/j.cnki.cn11-5066/tf.2026.03.008

0 引言

铟作为关键稀散有色金属,在电子元器件、太阳能电池、半导体材料等领域具有不可替代的应用价值^[1]。当前工业生产中,铟主要从铅、锌冶炼烟尘中提取。烟尘经湿法浸出后,再通过萃取电沉积的工艺得到粗铟^[2,3]。铟与镉的性质接近,萃取和电沉积工艺均无法实现铟与镉的高效分离,导致粗铟中镉含量高,难以达到市场对铟纯度的要求。因此,粗铟中镉的深度脱除已成为高纯铟制备流程中的核心技术环节。

目前,粗铟精炼提纯技术已形成较为完善的研究体系,主流方法包括电解精炼、真空蒸馏、区域熔

炼及甘油碘化钾法等。铟电解精炼主要采用酸性电解体系,其中硫酸-盐酸混合电解液体系是最为常用的电解体系^[4-7]。电解过程中,粗铟中电位较高的杂质转变为阳极泥,而电位较低的杂质则进入电解液中,待后续净化。然而,镉($\text{Cd}^{2+}/\text{Cd}=-0.403\text{ V}$)与铟($\text{In}^{3+}/\text{In}=-0.336\text{ V}$)电位相近,直接采用电解精炼的方式无法将粗铟中的镉脱除。真空蒸馏法利用铟与各杂质元素蒸气压的差异,在低温下将铟、镉、砷、锑等易挥发的杂质元素挥发分离,再在高温下将铟选择性挥发,使难挥发的铁、铜、镍等杂质保留在挥发残渣中,并最终制得高纯铟^[8-11]。该方法所得的铟产品纯度较高,然而该工艺需要高温操作,能耗较高,且无法实现连续化生产,目前仅用于高纯铟金属的制备。区域熔炼法利用了杂质元素在液相和固相金属之间的分配差异,通过多次往复区域熔炼,驱动杂质元素向合金两端富集,最终得到高纯金属。区域熔炼法得到的高纯铟纯度高,但也存在熔炼周期长、操作温度高、能耗大以及难以连续化生产等局限性^[7,9]。甘油碘化钾精炼是粗铟除镉常见的方法,该方法利用铟与杂质元素对碘亲

[收稿日期] 2025-12-29 **[修订日期]** 2026-02-07

[录用日期] 2025-02-11 **[出版日期]** 2026-06-01

[第一作者] 季群,男,江苏泰兴人,硕士,中级工程师,主要从事有色金属提取冶炼方面工作。

[通信作者] 唐施阳,男,四川广安人,硕士,主要研究方向为有色金属提取冶炼。

[基金项目] 宁夏回族自治区 2024 年重点研发项目资助(2024BEE02035)。

和力的差异,选择性将镉转变为碘化物,并溶解于甘油中,实现对镉的定向除杂^[7,12,13]。由于钢熔点仅为 156.6℃,精炼需要的能耗较低,同时碘对钢的亲合力较差,故钢在精炼过程中的损失较低,因此,采用甘油碘化钾法除镉具有显著的优势。

本文采用甘油碘化钾法对粗钢进行精炼处理,旨在实现镉的深度脱除并控制钢的损失。研究系统考察了精炼温度、精炼时间、液固比及精炼剂用量对

提纯效果的影响,优化了工艺参数并验证了除杂稳定性,结果可为粗钢的高效初步精炼提供技术支撑。

1 试验介绍

1.1 试验原料

试验所用的粗钢由宁夏某锌冶炼企业提供。粗钢原料的成分见表 1,XRD 分析及微观元素分布情况如图 1 所示。

表 1 粗钢成分(质量分数)

Table 1 Composition of the crude indium(mass fraction)

$1 \times 10^{-6}\%$

元素	Al	Ni	Si	Sn	Tl	As	Fe	Sb	Co	Cd	Bi	In*
含量	4.7	59.7	73.6	22.1	70	149	10.7	85.4	6	6 696	4.1	99.2

注:*元素单位为%。

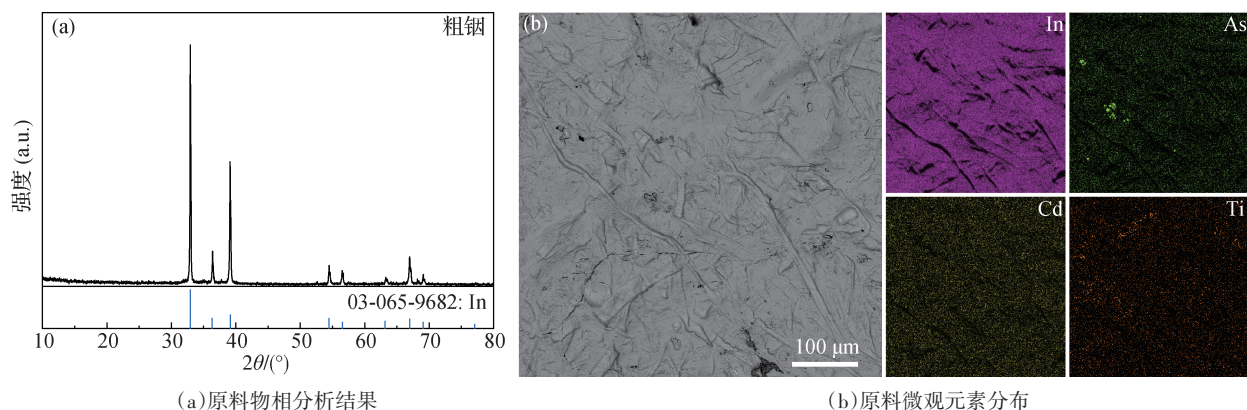


图 1 原料物相分析及微观元素分析

Fig. 1 Phase analysis results and microscale elemental distribution of the raw material

表 1 表明,粗钢中的主要杂质元素为镉,含量高达 6 696 ppm(10^{-6} ,下同)。原料 XRD 结果分析表明,粗钢 XRD 衍射图谱和钢标准 PDF 卡片高度吻合,未表征出其他杂质峰,结合表 1 数据可知原料中杂质含量较低,未能达到 XRD 的检测限,故杂质元素未能在 XRD 扫描结果中发现杂质元素的特征峰。微观元素分布表明,镉元素在粗钢中呈高度弥散分布,砷、铊等元素以游离态存在。

本研究所用的甘油、单质碘、碘化钾和无水乙醇等化学试剂由国药集团提供(中国医药集团有限公司,AR),试验用水为实验室自制去离子水。

1.2 试验方法

试验开始前,准确量取适量的甘油于 125 mL 具塞锥形瓶,加入定量 KI-I₂ 精炼剂,投入磁力搅拌子,同时将锥形瓶置于油浴锅中(油浴锅,DF-101Z,上

海力辰仪器科技有限公司),以额定 300 r/min 的转速开启搅拌。待 KI-I₂ 完全溶解于甘油,且精炼体系上升至指定温度后,向锥形瓶中加入 10 g 粗钢,随后用玻璃塞密封瓶口并启动计时精炼。

精炼结束后过滤分离甘油与钢颗粒,随后将钢置于 100 mL 烧杯中,并向其中加入 50 mL 无水乙醇。将上述烧杯置于超声清洗机中(超声波清洗器,KM-5200DE,昆山美美超声仪器有限公司),清除钢表面残留的除杂产物。超声结束后用无水乙醇清洗金属钢,并将金属钢置于真空干燥箱烘干(真空干燥箱,DZF-2B,北京市永光明医疗仪器有限公司),得到精炼钢。粗钢甘油碘化钾法除镉的流程示意如图 2 所示。精炼过程发生的主要化学反应见式(1)。



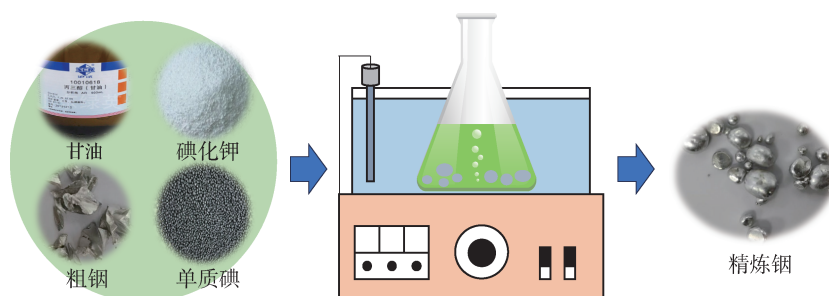


图2 粗钢甘油碘化钾法除镉流程示意

Fig. 2 Flow diagram of cadmium removal from crude indium using glycerol-KI process

金属钢中杂质元素的测量采用了ICP-OES测定(ICP-OES, Optima 3 000, PerkinElmer)。具体操作方式为,采用王水将一定质量的钢溶解,并稀释适当倍数,并采用ICP-OES测试其中的杂质含量。钢的结构及微观元素分别采用了XRD和SEM-EDS进行了测试(XRD, Empyrean 2, 荷兰 PANalytical; SEM, JSM-7900F, 日本电子; EDS, INCA Wave 8570, 牛津仪器)。

浸出过程中镉的净化率按照式(2)进行计算。

$$\eta_1 = \left(1 - \frac{m_2 / 1000 \times w_2}{m_1 / 1000 \times w_1} \right) \times 100\% \quad (2)$$

式中: η_1 为镉除杂率,%; m_1 为粗钢质量,g; w_1 为粗钢中镉含量,ppm; m_2 为精炼钢质量,g; w_2 为精炼钢中

镉含量,ppm。

浸出过程中钢的直收率按照式(3)进行计算。

$$\eta_{\text{in}} = \frac{m_2 \times w_{1-\text{in}}}{m_1 \times w_{2-\text{in}}} \times 100\% \quad (3)$$

式中: η_{in} 为钢直收率,%; $w_{1-\text{in}}$ 为粗钢中钢含量(质量分数),%; $w_{2-\text{in}}$ 为精炼中钢含量(质量分数),%。

2 结果与讨论

2.1 温度对钢精炼除镉的影响

精炼温度是影响粗钢除镉效率与钢回收率的关键因素。固定试验条件:反应时间30 min、反应液固比5:1(mL/g)、KI-I₂过量系数5,分别设置精炼温度为180℃、190℃、200℃、210℃、220℃、230℃,考察温度对粗钢精炼效果的影响,结果如图3所示。

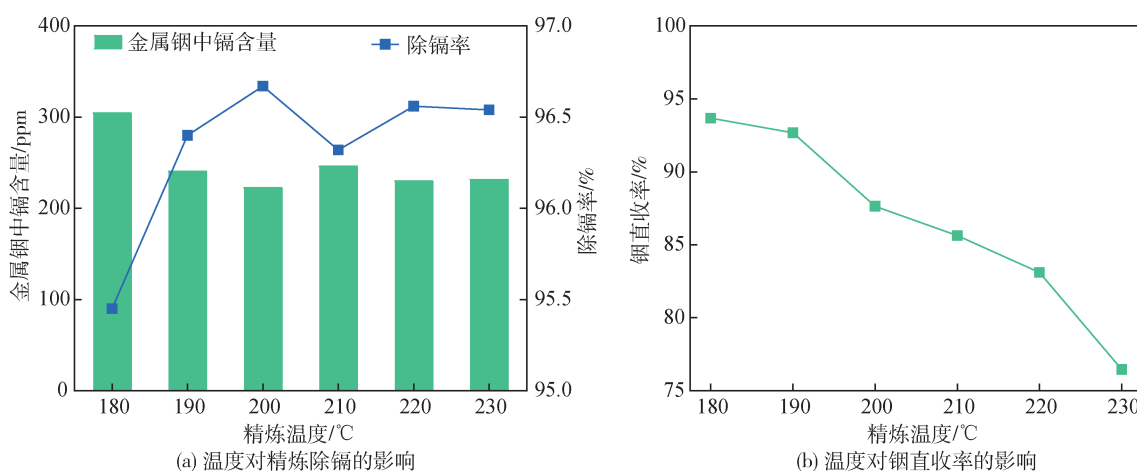


图3 温度对粗钢精炼效果的影响

Fig. 3 Influence of temperature on crude indium refining performance

图3(a)表明,将精炼温度从180℃升高到190℃,除镉率从95.45%显著提升至96.40%,继续升高温度,除镉率趋于稳定。这一现象表明,温度升高可增强KI-I₂反应活性,降低甘油黏度,改善传质动力学条件,促进镉的氧化脱除。然而图3(b)表明,精

炼温度从180℃提升至230℃,钢直收率从93.68%降低至76.46%,高温显著加剧钢损失,特别是在温度高于190℃后,温度升高,钢的回收率显著降低。温度升高增加了KI-I₂的反应活性,有利于降低甘油的黏度,为精炼反应提供更佳的动力学条件,有利

于杂质元素的氧化脱除;然而, KI-I₂反应活性的提高与动力学条件的改善也会促进钢的氧化,造成钢的损失;另外,温度过高不仅促进钢的氧化,还会加剧碘单质挥发,导致除镉效率无明显提升。综合除杂效果与钢回收率,确定最佳精炼温度为 190℃。

2.2 精炼时间对粗钢精炼除镉的影响

固定试验条件:精炼温度 190℃、反应液固比 5:1、KI-I₂过量系数 5,分别设置炼时间为 5 min、10 min、15 min、20 min、25 min、30 min,考察精炼时间对粗钢精炼效果的影响,结果如图 4 所示。

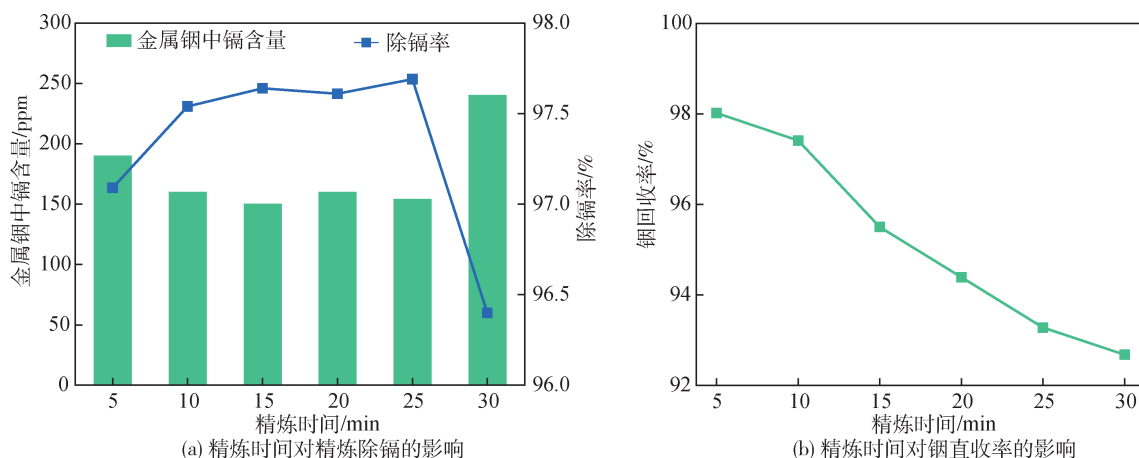


图 4 精炼时间对粗钢精炼效果的影响

Fig. 4 Effect of refining time on refining effect of crude indium

图 4(a)表明,随着精炼时间从 5 min 延长至 10 min,钢中镉的脱除率从 97.09% 提升至 97.54%,进一步提升精炼时间镉的脱除率变化不大。然而,延长精炼将会显著降低钢直收率。具体而言,随精炼时间延长,钢直收率呈持续下降趋势,由 5 min 时的 98.02% 降至 30 min 时的 92.68%。190℃ 下精炼反应速率快,10 min 已达反应平衡;延长时间会加

剧钢被碘氧化,造成钢损失增加。兼顾生产效率、成本与回收率,确定最佳精炼时间为 10 min。

2.3 精炼液固比对粗钢精炼除镉的影响

固定试验条件:精炼温度 190℃、精炼时间 10 min、KI-I₂过量系数 5,分别设置精炼液固比为 3:1、4:1、5:1、6:1、7:1、8:1,考察精炼液固比对粗钢精炼效果的影响,结果如图 5 所示。

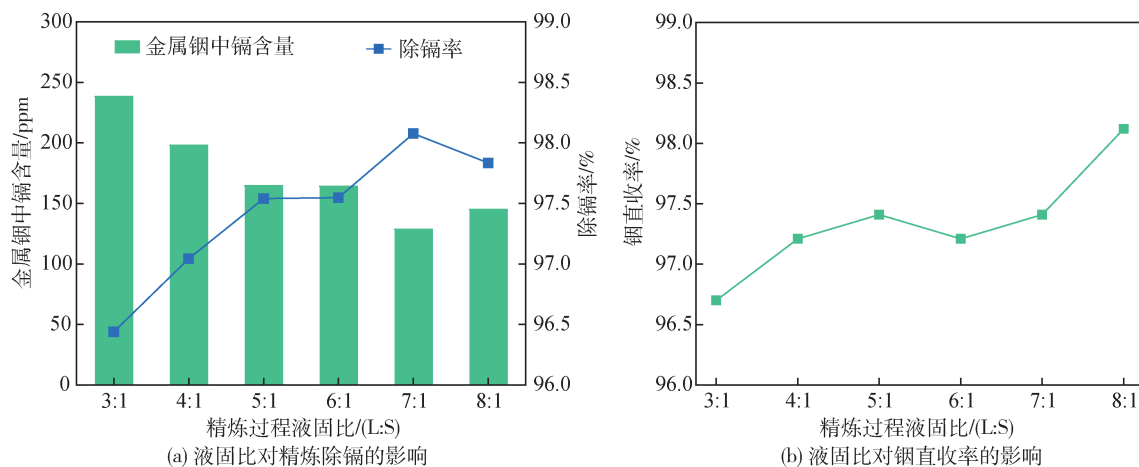


图 5 精炼液固比对粗钢精炼效果的影响

Fig. 5 Effect of liquid-solid ratio on refining effect of crude indium

图 5(a)为除镉率随精炼液固比的变化情况,其结果表明,液固比由 3:1 提高至 8:1 时,镉去除率由

96.44% 升至 97.83%,钢中镉含量由 238.4 ppm 降至 145 ppm。钢回收率随着液固比的提升整体呈上

升趋势(图5(b))。具体而言,随着精炼液固比从3:1提升至5:1,钢直收率从96.7%提升至97.41%,当液固比提升至7:1时,钢的直收率保持不变,进一步提升液固比至8:1,钢的直收率提升至98.12%。精炼过程液固比增加可以促进反应的传质过程,有利于精炼产物 KCdI_3 在甘油中的溶解;此外,甘油的加入量提高有利于甘油对熔体的覆盖保护,避免高温

下钢被锥形瓶中的空气氧化,造成钢的损失。综合除杂与回收指标,确定最佳液固比为8:1。

2.4 KI-I_2 添加量对粗钢精炼除镉的影响

固定试验条件:精炼温度 190°C 、精炼时间10 min、精炼液固比8:1,分别设置 KI-I_2 过量系数为2、3、4、5、6、7,考察 KI-I_2 用量对粗钢精炼效果的影响,结果如图6所示。

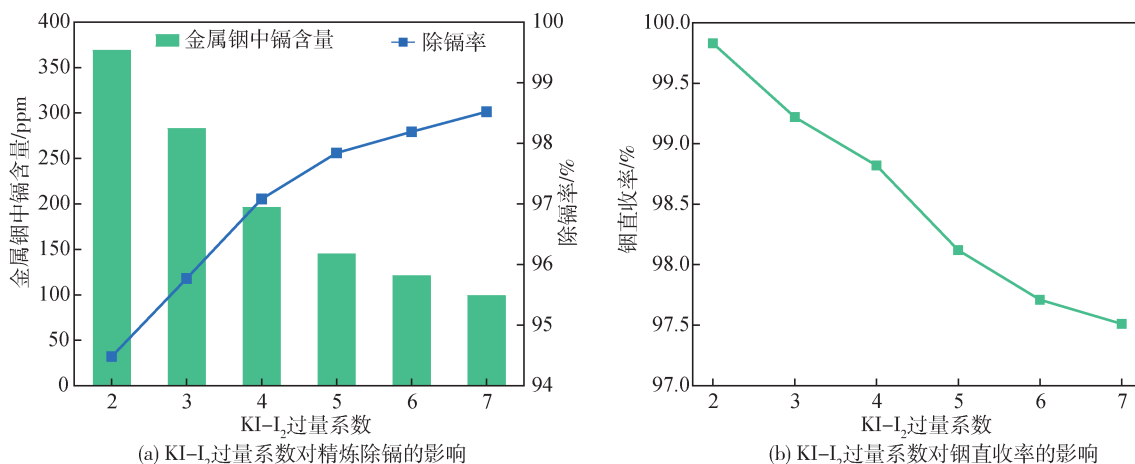


图6 KI-I_2 用量对粗钢精炼效果的影响

Fig. 6 Effect of KI-I_2 dosage on refining effect of crude indium

图6(a)为除镉率随 KI-I_2 用量的变化情况,结果表明, KI-I_2 用量的增加,粗钢精炼除镉效率也随之增加。具体而言,随着 KI-I_2 过量系数从2提升至7,粗钢除镉率从94.48%显著升高至98.52%。钢中镉含量从369 ppm降低至98.52 ppm。然而提高

KI-I_2 用量也降低了钢直收率图6(b)。具体而言随着 KI-I_2 过量系数从2提升至7,钢直收率从99.83%降低至97.51%,且其下降趋势与 KI-I_2 过量系数整体呈线性关系。 I_2 和 KI 用量的增加,精炼剂的浓度增大,这在动力学层面和热力学层面均有利于杂质

表2 综合条件试验结果

Table 2 Comprehensive condition test results

杂质元素	杂质元素含量			元素平衡		合计/%
	10 g粗钢中杂质元素含量/ppm	9.86 g精炼钢中杂质元素含量/ppm	78.4 mL精炼剂中杂质元素含量/ppm	精炼钢中杂质元素含量/%	精炼剂中杂质元素含量/%	
Cd	6696	250	847.61	0.37	99.24	99.61
Ni	59.7	45	7.31	7.43	96.00	103.43
Si	73.6	18	8.49	2.41	90.44	92.85
Sn	22.1	58	1.66	25.88	58.89	84.77
Tl	70	10	9.47	1.41	106.06	107.47
As	149	30	17.37	1.99	91.40	93.38
Fe	10.7	7	1.36	6.45	99.65	106.10
Sb	85.4	150	8.35	17.32	76.66	93.97
Co	6	3	0.88	4.93	114.99	119.92
Al	4.7	2	0.61	4.20	101.75	105.95

元素镉的脱除;然而,精炼剂的提高也会造成更多的钢一同被氧化,造成钢的损失。因此,尽管过量系数7时除镉率最高,但综合钢回收率,确定最佳KI-I₂过量系数为3。

2.5 综合条件试验

采用单因素试验最优工艺条件:精炼温度190℃、精炼时间10 min、精炼液固比8:1、KI-I₂过量系数3,开展综合条件实验,验证甘油碘化钾法对各杂质元素的精炼效果,结果见表2。

表2表明,最优条件下精炼后钢中镉含量降至250 ppm,除镉率达96.34%,钢直收率为98.60%。同时砷、硅、铈等杂质含量分别降至30 ppm、18 ppm、10 ppm,实现多种杂质协同脱除,验证了该工艺对粗钢初步精炼的适用性与高效性。

3 结论

本文以粗钢作为原料,采用甘油碘化钾法开展粗钢精炼,深度脱除其中的杂质;同时采用单因素条件实验法获得了粗钢精炼除镉的最佳工艺条件,并进行了验证试验,得到以下主要结论。

1)甘油碘化钾法对粗钢中镉的脱除效率高。升高温度、延长精炼时间、增大精炼剂用量、提高精炼液固比均能够提高除镉效率,但同时会增加钢损失,实际生产需兼顾除杂效果与金属回收率。

2)甘油碘化钾除镉的最佳工艺条件为精炼温度190℃、精炼时间10 min、精炼液固比8:1、KI-I₂过量系数3,在该条件下,除镉率达96.34%,钢直收率达98.60%,精炼后钢中镉含量为250 ppm,钢纯度提升至99.93%;同时可有效脱除砷、硅、铈等杂质,具备多杂质协同净化能力。

[参考文献]

- [1] 朱艳秋,赵盼,梁鸿佳,等.高纯钢提纯技术研究进展[J].中国有色冶金,2025,54(5):29-39.
ZHU Yanqiu, ZHAO Pan, LIANG Hongjia, et al. Research progress on purification technology of high purity indium [J]. China Nonferrous Metallurgy, 2025, 54(5): 29-39.
- [2] LI X, WEI C, DENG Z, et al. Extraction and separation of indium and copper from zinc residue leach liquor by solvent extraction [J]. Separation and Purification Technology, 2015, 156: 348-355.
- [3] DRZAZGA M, PALMOWSKI A, BENKE G, et al. Recovery of germanium and indium from leaching solution of germanium dross using solvent extraction with TOA, TBP and D2EHPA [J].

Hydrometallurgy, 2021, 202: 105605.

- [4] 汪洋,吴远桂,赵纯权.电解精炼法去除粗钢中的锡铅杂质[J].湿法冶金,2021,40(05):427-430.
WANG Yang, WU Yuanguai, ZHAO Chunquan. Removal of tin and lead impurities from crude indium by electrorefining [J]. Hydrometallurgy of China. 2021, 40(05): 427-430.
- [5] 卢兴伟,彭巨擘,伍美珍,等.电解精炼法制备高纯钢[J].矿冶,2018,27(06):54-57.
LU Xingwei, PENG Jubo, WU Meizhen, et al. Preparation of high purity indium by electrolytic refining method [J]. Mining & Metallurgy, 2018, 27(06): 54-57.
- [6] XU S, WANG G, FAN J, et al. Preparation of high purity indium by chemical purification: Focus on removal of Cd, Pb, Sn and removal mechanism [J]. Hydrometallurgy, 2021, 200: 105551.
- [7] 徐朔.电沉积法制备4 N钢的工艺及机理研究[D].成都:四川大学,2021.
XU Shuo. Study on the process and mechanism of 4 N indium prepared by electrodeposition [D]. Chengdu: Sichuan University, 2021.
- [8] 周智华,莫红兵,曾冬铭.电解精炼-区域熔炼法制备高纯钢的研究[J].稀有金属,2004(4):807-810.
ZHOU Zhihua, MO Hongbing, ZENG Dongming. Preparation of high-purity indium by electrolytic refining and zone melting [J]. Chinese Journal of Rare Metals, 2004(4): 807-810.
- [9] TIAN Q H, HU Z X, HE Z Q, et al. Preparation of 7 N high-purity indium by vacuum distillation-zone refining combination [J]. Rare Metal Materials and Engineering, 2025, 54(8): 1947-1955.
- [10] 雷浩成,邓勇,刘大春,等.真空蒸馏冷凝法提纯粗钢的实验研究[J].昆明理工大学学报(自然科学版),2019,44(5):8-13.
LEI Haocheng, DENG Yong, LIU Dachun, et al. An experimental study on purification of crude indium by vacuum distillation-condensation method [J]. Journal of Kunming university of science and technology (natural science), 2019, 44(5): 8-13.
- [11] PANG J, KONG L X, YANG B. Vacuum Distillation: Clean and Efficient Separation and Purification of Indium-Cadmium Alloys [J]. JOM, 2025, 77(11): 1-12.
- [12] 韩翌.甘油碘化钾-电解联合法粗钢提纯研究[D].长沙:中南大学,2004.
HAN Yi. Impure indium refining by glycerin-KI process combined with electrolysis [D]. Changsha, Central south university, 2004.
- [13] 韩翌,李琛,黄凯,等.甘油碘化钾-电解联合法粗钢提纯研究[J].矿冶工程,2003(6):59-61.
HAN Yi, LI Chen, HUANG Kai, et al. Purification of crude indium by combined use of glycerin-KI process and electrolysis [J]. Mining and Metallurgical engineering, 2003(6): 59-61.

Deep removal of cadmium from crude indium by the glycerol-potassium iodide method

JI Qun¹, JI Cheng¹, TANG Chaobo², YANG Jianguang², QING Jianrong¹, YIN Biao¹, TANG Shiyang²

(1. Ningxia Tianbao Technology Co., Ltd., Yinchuan 751601, China;

2. School of Metallurgy and Environment, Central South University, Changsha 410083, China)

Abstract: The similar physicochemical properties of indium and cadmium often result in an excessively high cadmium content in crude indium produced by current smelting processes, making it difficult to meet market purity requirements. The glycerol-potassium iodide method exploits the difference in affinity between indium and impurity elements toward iodine, selectively converting cadmium into iodides, thereby enabling targeted cadmium removal. In this study, crude indium was refined using the glycerol-potassium iodide process to deeply eliminate impurities. Single-factor experiments were conducted to determine the optimal refining conditions, followed by validation tests. The main conclusions are as follows. The optimal conditions obtained are a refining temperature of 190°C, a refining time of 10 min, a liquid-to-solid ratio of 8:1, and an I₂-KI excess coefficient of 3. Under these conditions, the cadmium content in the refined indium drops to 250 ppm, the indium purity increases to 99.93%, and the direct yield reaches 98.60%. The results demonstrate that this process efficiently removes cadmium from crude indium while also synergistically eliminating impurities such as arsenic, silicon, and thallium. Consequently, indium purity is significantly enhanced without sacrificing a high direct yield. These findings provide technical support for efficient preliminary refining of crude indium.

Key words: crude indium; refining purification; cadmium removal; glycerol potassium iodide method; synergistic purification

中国恩菲牵头制修订的5项重点领域国家标准获批立项

近日,中国恩菲工程技术有限公司(以下简称“中国恩菲”)牵头制修订的《钨冶金工程技术标准》《有色金属工程数字化交付标准》《锂提取冶金工程技术标准》《有色金属选矿厂工艺设计标准》《有色金属矿山节能设计标准》等5项国家标准正式获批立项。

此次立项的5项标准覆盖稀有金属冶金、数字化交付及绿色节能设计三大板块:

稀有金属冶金标准填补关键空白《钨冶金工程技术标准》系统界定工艺流程、能耗及排放指标,填补钨冶炼工程标准空白,《锂提取冶金工程技术标准》拓宽适用范围至各类锂原料提取全流程,新增金属锂、丁基锂高危品储存安全规范,适配锂电产业高速扩张新格局。

数字化交付标准升维进阶《有色金属工程数字化交付标准》实现从团标到国标的跨越,成为打通设计、采购、施工、运维全生命周期数据链路的“通用语言”,为构建数字孪生和智能工厂提供核心数据底座。

绿色节能设计标准迭代更新《有色金属选矿厂工艺设计标准》与《有色金属矿山节能设计标准》,紧密衔接最新政策法规,补充新型工艺、智能管控及碳排放控制要求,以高标准引领传统产业绿色低碳转型。

未来,中国恩菲将继续为推动行业高端化、智能化、绿色化发展贡献更多核心工程经验和“恩菲智慧”。

(资料来源:中国恩菲)