

doi: 10.3969/j.issn.1005-7854.2020.04.013

高硅低铁锌焙砂中性浸出一液固分离试验研究

秦树辰 刘三平 郑朝振 李强

(矿冶科技集团有限公司, 北京 100160)

摘 要: 针对新疆某高硅低铁锌焙砂进行中性浸出一液固分离试验研究, 详细考察了浸出时间、浸出液固比、浸出温度和初始酸浓度对焙砂浸出和矿浆絮凝沉降的影响。结果表明, 浸出温度、浸出时间和浸出液固比对锌的浸出影响较大, 对硅的浸出影响不具明显规律; 矿浆絮凝沉降受浸出条件影响较大, 改变浸出液固比、初始酸度和矿浆浓度能够显著改善矿浆沉降性能。综合考虑锌、硅的浸出行为和矿浆沉降性能, 最佳浸出工艺选择为: 浸出温度 70 ℃、浸出时间 2.5 h、液固比(mL/g)为 8~10; 中性浸出液初始酸度为 40 g/L 时所得中性浸出渣含锌 46.56%, 渣率 77.47%, 锌的中性浸出率为 45.06%, 絮凝沉降矿浆浓度为 4.5%。

关键词: 高硅低铁锌焙砂; 中性浸出; 液固分离; 絮凝沉降

中图分类号: TF813 **文献标志码:** A **文章编号:** 1005-7854(2020)04-0068-06

Experimental study on leaching and liquid-solid separation of high-silicon, low-iron zinc calcine

QIN Shu-chen LIU San-ping ZHENG Chao-zhen LI Qiang

(BGRIMM Technology Group, Beijing 100160, China)

Abstract: In this paper, the effects of leaching time, L/S, leaching temperature and initial acid concentration on high-silicon-low-iron zinc calcine leaching and slurry flocculation sedimentation were investigated in detail. The results show that the leaching temperature, leaching time and L/S have great influence on the leaching of zinc, but the influence on silicon is not obvious. The flocculation and sedimentation of slurry are greatly affected by leaching conditions. The sedimentation performance of slurry can be significantly improved by changing L/S, initial acidity and slurry concentration. Considering the leaching behavior of zinc and silicon and the settling property of slurry, the optimal process parameters were: 70 ℃ of leaching temperature, 2.5 h of leaching time, 8—10 of L/S(mL/g), 40 g/L of the neutral leaching solution initial acidity. The zinc content of the neutral leaching residue reached 46.56%. The leaching residue rate reached 77.47%. The neutral leaching rate of zinc reached 45.06%. The flocculation sedimentation slurry concentration was selected to be 4.5%.

Key words: high-silicon-low-iron zinc calcine; zinc calcine; neutral leaching; liquid-solid separation; flocculation and settling

收稿日期: 2019-12-07

基金项目: 国家自然科学基金资助项目(51434001); “十三五”国家重点研发计划项目(2018YFC1900400); 北矿科技集团青年创新基金资助项目(QCJ201823); 科技部科技伙伴计划资助国际合作项目(KY201502004)

第一作者: 秦树辰, 工程师, 主要从事有色金属冶金科研、设计和咨询等工作。E-mail: qshuchen@163.com

高硅锌精矿经过焙烧后所得锌焙砂一般采用常规浸出工艺进行中性—低酸两段浸出或中性—低酸—低酸三段浸出处理, 浸出工艺参数对浸出效果和矿浆性质影响较大^[1-2]。而且, 因原料硅含量较高, 采用常规浸出时会生成难以过滤的胶质 SiO₂, 堵塞过滤孔道, 不利于中性浸出矿浆的液固分离, 出现上清率低甚至无上清液的情况, 导致矿浆沉降缓

慢、过滤困难，整个电解锌生产流程难以正常运行^[3-5]。虽然实际生产中可通过加入絮凝剂方式实现矿浆颗粒物的沉降，获得澄清的上清液^[6-8]，但本文所用试验原料具有高硅低铁特点，絮凝剂的作用不足以实现高效沉降，而且矿浆性质会影响絮凝沉降效果，需要通过考虑调整浸出工艺参数如浸出温度、矿浆浓度、矿浆 pH 值等来改善矿浆沉降效果。

本文紧扣实际生产应用，针对该锌精矿焙砂进

行中性浸出一矿浆絮凝沉降工艺试验研究，详细研究了工艺条件对浸出率和矿浆沉降性能的影响，获得了具有良好沉降性能的浸出矿浆。

1 试验

试验所用原料为新疆某高硅锌精矿经 900 °C 焙烧 2 h 后获得的锌焙砂^[9-10]，主要成分见表 1，浸出剂为根据工厂实际生产要求用废电解液和氧化液配制的中性浸出液，其主要成分见表 2。

表 1 锌焙砂主要化学成分

成分	Al	Ca	Cu	Fe	Mg	Zn	S	SiO ₂	F	Cl
含量	0.72	0.57	0.066	1.9	0.095	65.66	0.67	9.08	<0.01	0.012

表 2 中性浸出液成分

Table 2 Compositions of neutral leaching solution

成分	H ₂ SO ₄	Zn	Fe
含量	40	125.32	2.60

浸出试验在烧杯中进行。首先量取一定量的浸出剂倒入烧杯，然后将烧杯放置于设置好温度的水浴锅中，将搅拌装置安装到位并调节至设定转速，按设定反应时间反应后结束试验，过滤矿浆，并对渣样洗涤烘干，分析样品成分，计算元素浸出率。

絮凝沉降试验在量筒中进行。选用法国爱森和北京希涛公司的絮凝剂进行絮凝沉降试验。

2 试验结果与讨论

2.1 浸出时间对浸出的影响

试验条件：温度 70 °C、液固比(体积质量比 mL/g，下同)8、搅拌转速 450 r/min、焙砂粒度 -74 μm 占比 73%，浸出时间分别为 0.5、1.5、2.5、3.5 h，试验过程中监测并控制矿浆 pH 值为 5.20 左右，浸出时间对锌和硅浸出率的影响如图 1 所示，不同反应时间所得浸出矿浆终点 pH 值见表 3。

从图 1 可以看出，中性浸出时间对锌浸出率影响不大，浸出时间为 2.5 h，锌浸出率能够达到 34.82%，继续延长浸出时间，锌浸出率不再提高。中性浸出时间对硅浸出率具有一定影响，延长浸出时间，得硅浸出率升高。

中性浸出过程一般维持浸出矿浆 pH 值处于

5.2~5.5，由表 3 可知，浸出过程矿浆 pH 值变化不大，其值较为稳定，基本保持在 5.2 左右，说明本文试验浸出 pH 值控制较好。

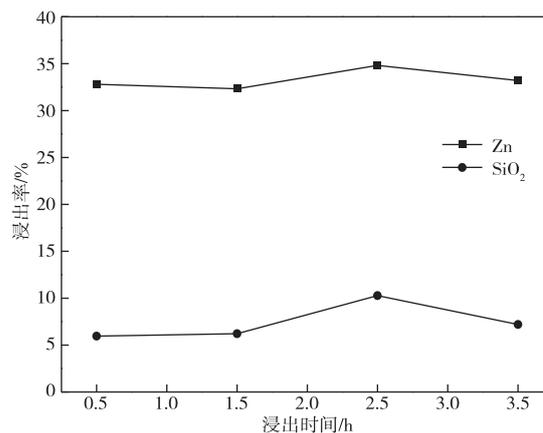


图 1 浸出时间对锌和硅中性浸出率的影响

Fig. 1 Effect of leaching time on the leaching rates of Zn and Si

表 3 浸出矿浆终点 pH 值

时间/h	0.5	1.5	2.5	3.5
终点 pH 值	5.28	5.26	5.17	5.22

为了考察不同浸出时间所得矿浆沉降性能的差异，利用浸出液将矿浆稀释后进行絮凝沉降试验研究，结果如图 2~3 所示。从图 2~3 可以看出，添加絮凝剂后悬浮物出现明显团聚，逐步开始沉降，5 min 后沉降基本结束，不同浸出时间所得矿浆沉降性能略有差别，浸出时间越长，其沉降性能越好，浸出时间为 3.5 h 时所得矿浆的沉降性能最佳，最快达到 1.68 m/h。

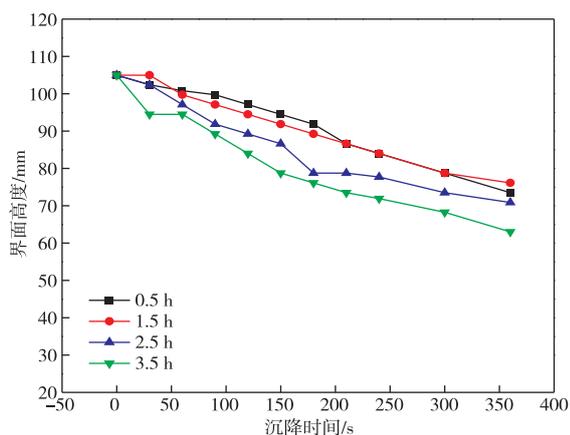


图 2 矿浆沉降界面高度—时间关系曲线

Fig. 2 Relationship curves between and settlement time

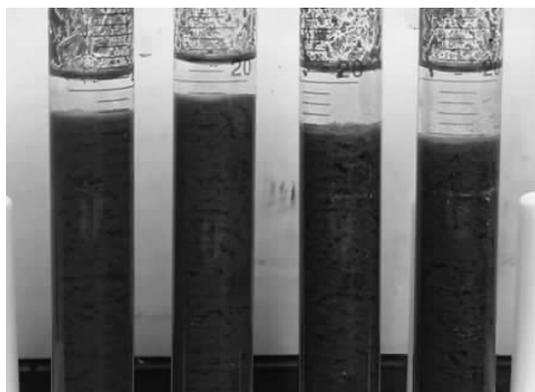


图 3 矿浆沉降照片

Fig. 3 Photos of pulp settlement

2.2 液固比对浸出的影响

试验条件：温度 70 ℃、时间 2.5 h、搅拌转速 450 r/min、-74 μm 占比 73%，浸出液固比分别为 8、11、14 和 16，浸出液固比对锌和硅浸出率的影响如图 4 所示。利用浸出液将矿浆稀释后进行絮凝沉降试验研究，浸出矿浆界面高度—时间关系曲线如图 5 所示。

从图 4 可以看出，中性浸出液固比对锌浸出率影响较大，液固比由 8 增大至 16 时，锌浸出率不断升高，从 31.28% 升高至 66.24%，硅浸出率有稍降低趋势。

从图 5 可以看出，液固比为 8 时，固液界面最低，矿浆沉降性能最优，最大沉降速度为 1.575 m/h，液固比增大至 11 时，最大沉降速度为 0.315 m/h。

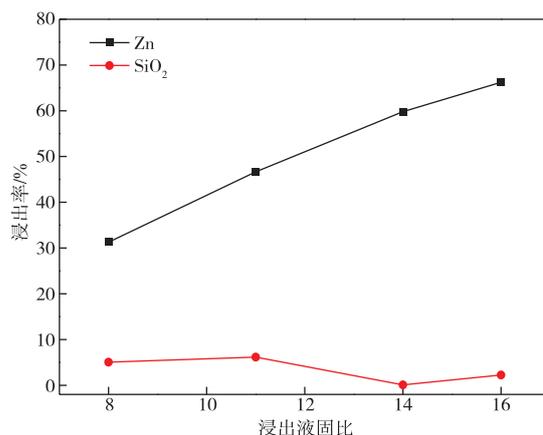


图 4 浸出液固比对锌和硅浸出率的影响

Fig. 4 Effects of L/S on the leaching rates of Zn and Si

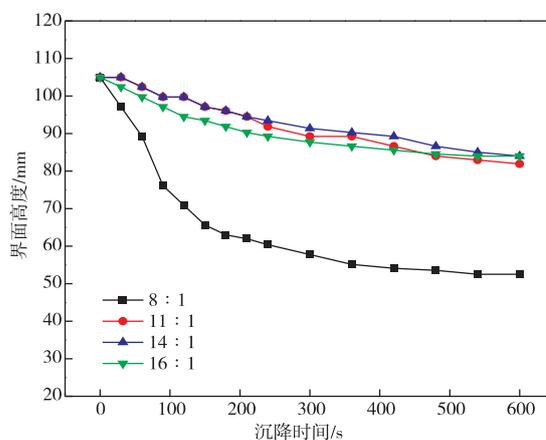


图 5 液固比不同时所得浸出矿浆沉降界面高度—时间关系曲线

Fig. 5 Relationship curves between interface height and settlement time of leaching pulp with different liquid-solid ratio

2.3 浸出温度对浸出的影响

试验条件：时间 2.5 h、液固比 8、搅拌转速 450 r/min、-74 μm 占比 73%，浸出温度分别为 65、70、75、80、85、90 ℃，浸出温度对锌和硅浸出率的影响如图 6 所示。利用浸出液将矿浆稀释后进行絮凝沉降试验研究，浸出矿浆沉降界面高度—时间关系曲线如图 7 所示。

从图 6 可以看出，中性浸出温度对锌浸出率具有一定的影响，浸出温度越高，锌浸出率也越高，但增幅较小。中性浸出温度对硅浸出率影响不具有明显规律性。分析溶液中的硅含量时发现，溶液中的硅浓度具有增大趋势。

从图 7 可以看出，不同浸出温度所得矿浆其沉降性能稍有差别。

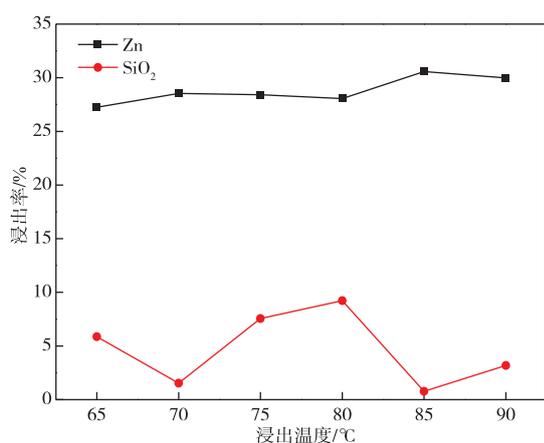


图 6 浸出温度对锌和硅浸出率的影响

Fig. 6 Effects of temperature on the leaching rates of Zn and Si

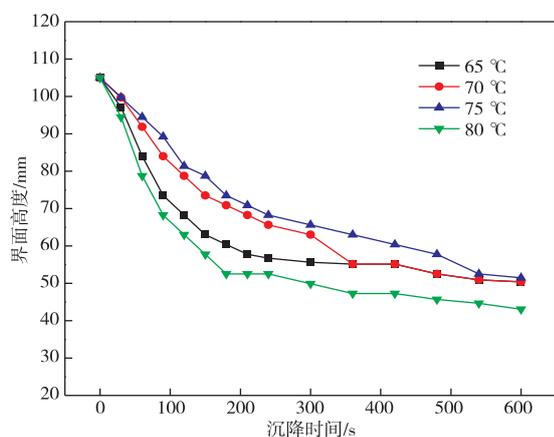


图 7 不同浸出温度所得矿浆沉降界面高度—时间关系曲线

Fig. 7 Relationship curves between interface height and settlement time of leaching pulp at different leaching temperatures

2.4 始酸浓度对浸出的影响

试验条件：温度 70 °C、时间 2.5 h、液固比 10、搅拌转速 450 r/min、-74 μm 占比 73%，初始酸度分别为 20、30、40、50 g/L，浸出初始酸度对锌和硅浸出率的影响如图 8 所示。利用浸出液将矿浆稀释后进行絮凝沉降试验研究，浸出矿浆沉降界面高度—时间关系曲线如图 9 所示。

从图 8 可以看出，不同初始酸度条件下浸出 2.5 h 后所得矿浆终点 pH 值均保持在 5.3 左右，不需要额外添加硫酸。初始酸度对硅浸出率影响不大，对锌浸出率具有一定的影响，初始酸度越高，锌浸出率也越高，反应结束时矿浆 pH 值基本上保持在 5.3~5.4，均未补加酸。当初始酸度为 20 g/L 时，锌浸出率仅为 23.68%，渣含锌较高，增大始

酸浓度至 40 g/L 时，锌浸出率提高至 40.74%。

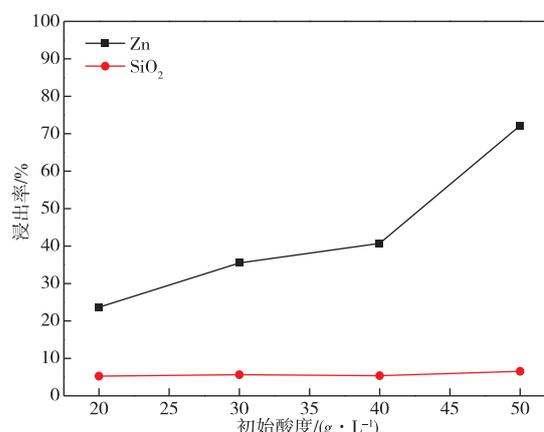


图 8 始酸浓度对锌和硅浸出率的影响

Fig. 8 Effects of initial acid concentration on the leaching rates of Zn and Si

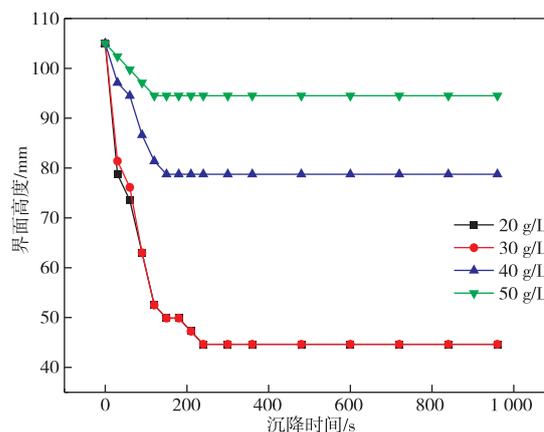


图 9 始酸浓度不同时所得矿浆沉降界面高度—时间关系曲线

Fig. 9 Relationship curves between interface height and settlement time of leaching pulp with different initial acid concentration

从图 9 可以看出，不同初始酸度所得矿浆沉降性能不同，始酸浓度越低，矿浆沉降性能越好，始酸浓度越高，矿浆沉降性能越差。始酸浓度从 20 g/L 增大至 30 g/L 时，其沉降性能基本上相同，最大沉降速度为 3.15 m/h，继续增大始酸浓度，沉降性能降低，始酸浓度为 40 g/L 时所得矿浆最大沉降速度仅为 0.945 m/h，再继续增大始酸浓度，沉降性能接着降低。

2.5 不同矿浆浓度絮凝沉降试验

试验条件：温度 70 °C、时间 2.5 h、液固比 8、搅拌转速 450 r/min、-74 μm 占比 73%。利用浸出液将矿浆稀释后进行絮凝沉降试验研究，浸出矿浆沉降界面高度—时间关系曲线如图 10 所示。

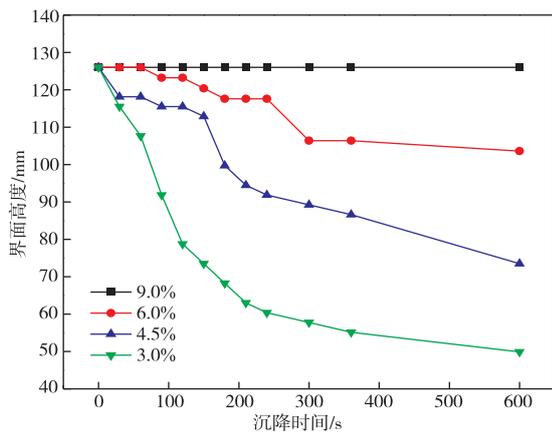


图 10 矿浆浓度不同时所得矿浆沉降界面高度—时间关系曲线

Fig. 10 Relationship curves of interface height and settlement time

从图 10 可以看出，矿浆浓度降低，矿浆沉降性能提高。在整个过程中，原始矿浆(浓度 9%)几乎没有沉降的迹象，稀释至矿浆浓度为 6%时，矿浆沉降速率较慢，最大沉降速度为 0.672 m/h。稀释至矿浆浓度为 4.5%时，矿浆沉降速度加快，最大沉降速度达到 1.575 m/h，继续稀释矿浆，沉降性能继续提高。考虑到稀释量太大会加大处理量，推荐矿浆浓度选用 4.5%。

3 结论

1)在锌焙砂中性浸出过程中，温度、时间和液固比对锌影响较大，硅的浸出行为规律性不太明显。

2)矿浆絮凝沉降性能受浸出条件影响较大，液固比、初始酸度和矿浆浓度对矿浆沉降性能影响较大。对矿浆进行稀释能够明显提升矿浆沉降性能，但考虑到稀释会大大增加溶液循环量，不利于生产，絮凝沉降推荐矿浆浓度为 4.5%。

3)综合考虑锌、硅的浸出行为和矿浆沉降性能，最佳浸出工艺条件选择为：浸出温度 70 ℃、浸出时间 2.5 h、液固比 8~10；中性浸出液初始酸度为 40 g/L 时所得中性浸出渣含锌为 46.56%，渣率为 77.47%，锌的中性浸出率为 45.06%。

参考文献

[1] 王志军, 苏立峰, 刘三平. 新疆某高硅锌焙砂酸浸工艺优化 [J]. 中国资源综合利用, 2018, 36(2): 19-21.
WANG Z J, SU L F, LIU S P. Optimization of acid

leaching process of a high silicon zinc in Xinjiang [J]. China Resources Comprehensive Utilization, 2018, 36(2): 19-21.

[2] 李国民. 高硅氧化锌矿浸出脱硅工艺的研究 [J]. 中国有色冶金, 2005(4): 32-35.
LI G M. Research on leaching-desilication process of zinc oxide ore with high silicon [J]. China Nonferrous Metallurgy, 2005(4): 32-35.

[3] 张显生, 石明忠, 许永红, 等. 高硅天然氧化锌矿浸出新工艺的研究 [J]. 有色金属(冶炼部分), 2003(2): 14-15.
ZHANG X S, SHI M Z, XU Y H, et al. Research on new technology of high silicon natural zinc oxide leaching [J]. Nonferrous Metals(Extractive Metallurgy), 2003(2): 14-15.

[4] 李锋, 金作美, 王励生. 浸出高硅锌焙砂中硅胶聚沉的规律 [J]. 中国有色金属学报, 2001, 11(6): 1114-1117.
LI F, JIN Z M, WANG L S. Silica gel aggregation under acidic leaching of high-silica containing zinc calcine [J]. Transactions of Nonferrous Metals Society of China, 2001, 11(6): 1114-1117.

[5] 杜澍芝. 高硅氧化锌精矿直接酸浸—结晶法脱硅回收锌过程的研究 [J]. 云南冶金, 1992(6): 39-45.
DU S Z. Study on the recovery of zinc by direct acid leaching and crystallization desilication from high silica zinc oxide concentrate [J]. Yunnan Metallurgy, 1992(6): 39-45.

[6] 陈先友, 朱北平, 陈钢, 等. 湿法炼锌矿浆絮凝沉降效果研究 [J]. 有色金属(冶炼部分), 2018(10): 1-4.
CHEN X Y, ZHU B P, CHEN G, et al. Study on flocculation settling effect of slurry of zinc hydrometallurgy [J]. Nonferrous Metals (Extractive Metallurgy), 2018(10): 1-4.

[7] 邱卫芬, 张德文. 絮凝沉降法降低某铅锌选矿尾水中固体悬浮物试验 [J]. 现代矿业, 2015, 31(3): 81-82, 106.
QIU W F, ZHANG D W. Experimental study on the reduction of suspended solids in tailwater of a certain lead and zinc dressing by flocculation sedimentation [J]. Modern Mining, 2015, 31(3): 81-82, 106.

[8] 梁泽来. 仓上金矿氧化矿絮凝沉降试验研究 [J]. 黄金, 1995, 16(6): 42-45.
LIANG Z L. Experimental study on flocculation and sedimentation of oxidized ore in cangshang gold mine [J]. Gold, 1995, 16(6): 42-45.

中的大部分铜被氧化成氧化铜，另一部分失去与 Cu^{2+} 和 Cl^- 反应生成 CuCl_2 的活性，因此这部分铜渣通过调节温度、pH 值、 $n(\text{Cu})_{\text{T}}/n(\text{Cl}^-)$ 比值均不能有效地脱除溶液中的 Cl^- 。

参考文献

- [1] 谭青, 李启厚, 刘志宏, 等. 湿法炼锌过程中氟氯脱除技术研究现状 [J]. 湿法冶金, 2015, 34(4): 264-269.
TAN Q, LI Q H, LIU Z H, et al. Investigation of the removal of fluorine and chlorine during hydrometallurgy [J]. Hydrometallurgy of China, 2015, 34(4): 264-269.
- [2] 王洪刚, 刘三平. 锌溶液中氟氯的脱除技术研究 [J]. 矿冶, 2017, 26(4): 49-52.
WANG H G, LIU S P. Investigation of the removal of fluorine and chlorine during from zinc solution [J]. Mining and Metallurgy, 2017, 26(4): 49-52.
- [3] 赵晓朝, 周新海, 成世雄. 铜渣中上清液除氯试验及产业化应用研究 [J]. 湖南有色金属, 2015, 31(5): 29-32.
ZHAO X C, ZHOU X H, CHENG S X. Investigation of supernatant chlorination in copper residue and its industrial application [J]. Hunan Nonferrous Metals, 2015, 31(5): 29-32.
- [4] 张昱琛, 段宏志. 铜渣除氯试验与研究 [J]. 甘肃冶金, 2010, 32(3): 75-76.
ZHANG Y C, DUAN H Z. Test and investigation of the removal of chlorine from copper residue [J]. Gansu Metallurgy, 2010, 32(3): 75-76.
- [5] 胡一航, 王海北, 王玉芳. 锌冶炼中氟氯的脱除方法 [J]. 矿冶, 2016, 25(1): 36-40.
HU Y H, WANG H B, WANG Y F. Methods of the removal of fluorine and chlorine in zinc extraction process [J]. Mining and Metallurgy, 2016, 25(1): 36-40.
- [6] 李春, 李自强, 张颖, 等. 活性铜粉从湿法炼锌中浸液中脱氯 [J]. 有色金属, 2002, 54(1): 30-32, 36.
LI C, LI Z Q, ZHANG Y, et al. Chloride removal from zinc neutral leachate with nascent copper by cuprous chloride precipitation [J]. Nonferrous Metals, 2002, 54(1): 30-32, 36.
- [7] 李春, 李自强. 氯化亚铜沉淀脱氯反应平衡的研究 [J]. 湿法冶金, 2001, 20(3): 152-155.
LI C, LI Z Q. Investigation about removal of equilibrium of reaction of chlorine from cuprous chloride precipitates [J]. Hydrometallurgy of China, 2001, 20(3): 152-155.
- [9] 沙涛, 郑朝振, 王志军, 等. 新疆某高硅锌精矿矿石性质及其处理工艺探讨 [J]. 矿冶, 2020, 29(2): 38-42.
SHA T, ZHENG C Z, WANG Z J, et al. Study on the properties and processing technology of a high-silicon zinc concentrate in Xinjiang [J]. Mining and Metallurgy, 2020, 29(2): 38-42.
- [10] 刘三平, 秦树辰, 郑朝振, 等. 锌焙砂中性浸出渣低酸浸出液固分离试验 [J]. 有色金属(冶炼部分), 2020(1): 1-4.
LIU S P, QIN S C, ZHENG C Z, et al. Experiment on low acid leaching and liquid-solid separation of neutral leaching residue of zinc calcine [J]. Nonferrous Metals (Extractive Metallurgy), 2020(1): 1-4.

(上接第 72 页)