

# 回转式连续逆流浸出机组的开发与应用

薛平<sup>1,2\*</sup>, 李光强<sup>1</sup>, 魏明星<sup>2</sup>

(1. 武汉科技大学耐火材料与冶金国家重点实验室, 湖北 武汉 430081;

2. 江汉大学机电与建筑工程学院, 湖北 武汉 430056)

**摘要:**介绍了目前浸出提取技术的方法、原理、应用特点,指出了现有浸出方法的优缺点,着重分析了回转式连续逆流浸出机组的技术特点,阐述了该机组在生产实践中的运用。本机组巧妙地将浸出、洗涤与分离过程融为一体,大大节省人力、物力与财力,且节能环保,有较好的实用价值。

**关键词:**回转式;逆流浸出;自然铜矿;氧化铜矿

**中图分类号:**TF111.33

**文献标志码:**A

**文章编号:**0253-4320(2016)09-0154-03

**DOI:**10.16606/j.cnki.issn0253-4320.2016.09.037

## Development and application of countercurrent leaching equipment with rotary and continuous functions

XUE Ping<sup>1,2\*</sup>, LI Guang-qiang<sup>1</sup>, WEI Ming-xing<sup>2</sup>

(1. Key Laboratory for Ferrous Metallurgy & Resources Utilization, Ministry of Education, Wuhan University of Science and Technology, Wuhan 430081, China; 2. School of Electromechanical and Architectural Engineering, Jiangnan University, Wuhan 430056, China)

**Abstract:** The current leaching methods, their principles and application characteristics are introduced. The advantages and disadvantages of current leaching methods are also pointed out. The technical characteristics of the countercurrent leaching equipment with rotary and continuous functions are then analyzed. The application of this equipment in production practice is presented. The leaching, washing and separation processes are skillfully blended in this equipment, greatly saving manpower, material and financial resources. At the same time, it only only is a energy-saving and environment-friendly technology but also has good practical value.

**Key words:** rotary; countercurrent leaching; natural copper ores; copper oxide

根据提取方法和所用设备的不同,冶金通常分为“火法”和“湿法”2大类。由于火法冶金耗能大、污染严重等特性,在现代有色冶金所占的比重正逐年降低。湿法冶金具有投资省、综合回收率高以及对环境造成污染易于控制的优势,近几十年来得到了长足发展。浸出工序是湿法冶金工艺中的重要工序。浸出就是在水溶液中利用浸出剂与固体原料(如矿物原料、冶金过程的固态中间产品、废旧物料等)作用,使有价元素变为可溶性化合物进入水溶液,而主要伴生元素进入浸出渣。浸出过程为湿法冶金中应用最多的过程,目前生产的全部 $\text{Al}_2\text{O}_3$ 、占总产量80%以上的锌、15%以上的铜都首先要通过浸出过程使有价金属进入溶液,几乎所有稀有金属的生产流程都包括有1个或多个浸出工序,浸出过程的指标在很大程度上决定了整个金属冶炼的效益<sup>[1]</sup>。

目前现有的浸出方法大都属于“静态间歇槽浸”范畴。“静态间歇槽浸”方法较好地解决了矿料

中有价元素的提取(回收)率,但也存在以下不足:一般采用立式搅拌槽,消耗过多的搅拌能量,并且极易形成搅拌死角,不能用于低品位矿料的溶浸;各段设备间断工作,多段浸出时涉及设备台数多,占用大面积厂房,投资偏高;不易做到封闭运行,不利于操作环境进一步改善<sup>[2-9]</sup>。

基于以上问题,笔者联合相关企业和科研院所研发了一种回转式连续逆流浸出机组。该机组是将矿料从一封闭的具有搅拌功能的隧形容器一端投入,使之向另一端连续移动;浸出液从隧形容器的另一端注入,并使之与矿料移动方向相反的方向连续移动,达到连续逆流浸出的目的。该机组是一种由回转式浸出室、机头浓密机、机尾浓密机及配套系统组成的联动机组,以取代“堆浸”、“池浸”、“多段逆流槽浸”等传统工艺方法及设备,并达到连续高效运行,简化设备配置,适应多种不同品位矿料,节省能源、人力及环境友好。

## 1 现有主要浸出方法及设备

浸出最常用的方式有渗滤浸出、搅拌浸出和压热浸出等<sup>[1]</sup>。

### 1.1 渗滤浸出

渗滤浸出是浸出溶液在静止的固体物料间渗透流过,以实现原料与溶液的接触和浸出。实现这一浸出过程的技术方法有堆浸、原地浸出、渗滤槽浸或池浸等,主要用于低品位矿、废矿和尾矿等冶金废弃物的浸出(如图1)。该浸出槽通常设有假底,假底距槽底100~200 mm。假底结构常用方木条组成格板,并于格子上铺设帆布、麻袋或席子之类的既能防止矿砂滤去又便于含金溶液渗下的过滤层。浸出液经出液管流出。有的渗滤浸出槽是架空的,还在槽底中心设有工作门,供尾矿卸出用。槽底多呈微倾斜状,其形状一般为圆筒形、长方形或正方形。其材料可以是木质、混凝土或低碳钢。小型矿山使用的槽直径5~12 m,高1.5~2.5 m,每批处理矿石75~150 t;更小规模的渗滤槽每批处理15~30 t。国外的大型渗滤浸出槽直径在17 m以上,高3 m,每批可处理干料1 000 t以上。

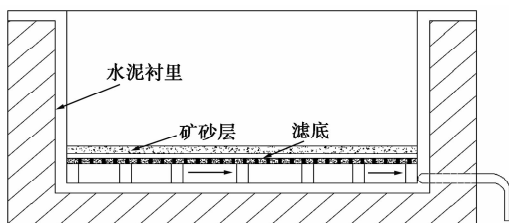


图1 渗滤浸出槽

### 1.2 搅拌浸出

搅拌浸出是处理高品位矿或精矿普遍采用的浸出方式。采用细磨矿石,在一定反应器中实施搅拌浸出,各种不同浸出反应器适用于不同的浸出过程。浸出反应器是高效实施浸出工艺的关键环节,应具

有良好传质性能,保证液-固之间或液-固-气之间充分接触,并具有良好温度等操作参数的控制条件,保证浸出在设定工艺条件下进行,同时还应具有足够的耐腐蚀性能和抗磨性能(如图2)。根据搅拌装置的不同,搅拌器可以分为螺旋桨、叶轮或蜗轮式机械搅拌器,靠压缩空气提升的压缩空气搅拌器,借助耙臂旋转和压缩空气提升的空气与机械联合搅拌器;搅拌浸出按物料加入方式可分为间歇搅拌浸出和连续搅拌浸出;对于较难处理的矿石则主要采用压热浸出较为有效。按操作压力又可分为加压搅拌浸出和常压搅拌浸出。搅拌浸出具有物料和溶液一起激烈运动、物料表面浸出剂不断更新的特点,因而浸出的反应速度快,金属的提取率高。浸出时间一般需要2~5 h,金属提取率一般高于90%。搅拌浸出主要用于粒度小于0.3 mm的高品位矿石、精矿和焙砂的浸出。

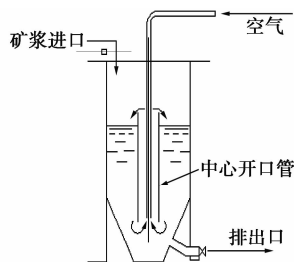


图2 搅拌浸出塔

### 1.3 压热浸出

压热浸出与焙烧法相比,无论从加工工艺还是环保角度看都具有较多的优点,但要求发展性能较好的耐腐蚀材料,以保证压热浸出设备的需要。随着可开采的高品位矿石数量的逐渐减少,要求实现从低品位矿石或矿渣中经济地提取有用金属,从而逐渐发展了地浸、准浸、微生物浸出等新的浸出方法。特别是堆浸已成为大规模处理贫矿、后矿、废矿石的有效而又经济可行的方法。

(上接第153页)

- [9] Moses P G, Hinnemann B, Topsøe H, *et al.* The hydrogenation and direct desulfurization reaction pathway in thiophene hydrodesulfurization over MoS<sub>2</sub> catalysts at realistic conditions; a density functional study[J]. *Journal of Catalysis*, 2007, 248(2): 188-203.
- [10] Bianchini C, Meli A, Vizza F. Role of single-site catalysts in the hydrogenation of thiophenes; From models systems to effective HDS catalysts[J]. *Journal of Organometallic Chemistry*, 2004, 689(24): 4277-4290.
- [11] 曾爱武,袁希钢. 环保型焦化苯精制方法: CN, 1686977A[P]. 2005-10-26.
- [12] 石俊来,曾爱武. 焦化粗苯精制方法: CN, 102001906A[P].

2011-04-06.

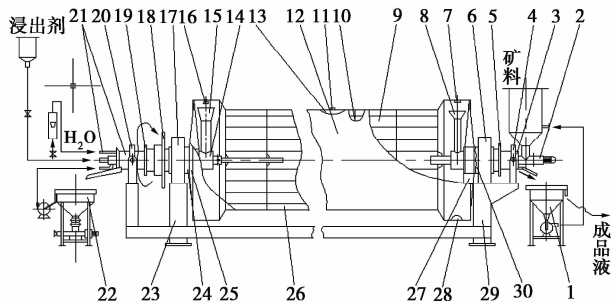
- [13] 陈佩文,方生涛. 粗苯精制的工艺及综合评价[J]. *燃料与化工*, 2009, 40(3): 50-51.
- [14] 马春旭,王俊文,张林香,等. 焦化粗苯加氢精制工艺及催化剂研究进展[J]. *应用化工*, 2008, 37(11): 1368-1371.
- [15] GB/T 2283—2008. 焦化苯[S]. 北京: 中国标准出版社, 2009.
- [16] 张亮. 萃取精馏法精制苯和回收噻吩[D]. 天津: 天津大学化工学院, 2006.
- [17] Perry R H. PERRY 化学工程手册[M]. 6版. 朱振东,译. 北京: 化学工业出版社, 13-107.
- [18] 赵炜,李晓良,段玉亲,等. 焦化苯中噻吩的卤化新反应[J]. *化工学报*, 2010, 61(3): 019, 655-659. ■

### 1.4 堆浸

堆浸是处理贫矿、表外矿或矿山产出的含金属品味很低的废石的有效方法,对上述矿的浸出而言,具有工艺简单、投资少、成本较低的特点。目前广泛用于低品味铜矿、金矿以及铀矿的处理。堆浸法的过程是将待浸出的矿石露天堆放在水泥涂沥青的地面上,地面设有沟槽或水管,以便收集溶液。利用泵将浸出剂喷洒在矿堆上,并在流过矿堆时与矿石进行反应,将其中有价元素浸出,再由底部沟槽管道收集。为使浸出剂中有价金属富集到一定浓度,溶液往往循环,直至达到要求为止,矿堆经过一定时期的浸出,将有价金属大部分回收后,再废弃。其浸出周期,大型堆长达 1~3 年,小型矿堆为 5~6 周。堆浸法处理的原料有 2 种类型,即采出的原矿块直接堆浸和矿块经破碎至 10~50 mm 后再堆浸,为保证矿堆内的渗透性,对细粒要进行制粒处理。

## 2 回转式连续逆流浸出机组技术特点

本机组是主要由回转式连续浸出室、机头浓密机、机尾浓密机 3 大组件构成的联动机组(如图 3)。回转式连续浸出室由直径不同或相同的圆柱、圆锥形筒体组合而成,两端封头设有中空轴,并由滚动轴承支撑。浸出室一端的中空轴上设有齿轮或链轮与传动系统联接,并带动浸出室按设定转速回转。浸出室内设有多个隔仓板,隔仓板呈圆形或带有缺口,多个隔仓板缺口的方位在径向上按 180°或其他方式交错分布。



- 1—机头浓密机;2—螺旋给料机;3—双层同轴套管;
- 4—万向节支座;5—密封组件;6—滚动轴承;7—矿料捞勺;
- 8—高位溢流堰;9—炒板;10—隔仓板;11—温度计插孔;
- 12—回转式连续浸出室;13—人孔;14—外管;15—排渣导管;
- 16—矿渣捞勺;17—滚动轴承;18—齿轮;19—密封组件;
- 20—万向节支座;21—三层同轴套管;22—机尾浓密机;
- 23—机尾座;24—机尾中空轴;25—机尾封头;26—非同轴输水管;
- 27—机头封头;28—卸料孔;29—机头座;30—机头中空轴

图 3 回转式连续逆流浸出机组

积的矿渣料捞勺。浸出室筒体上设有若干人孔、卸料孔、温度计插孔。浸出室两端分别称为矿料进入端(简称机头)和矿渣排出端(简称机尾)。机头中空轴附设密封组件,并插入一组相互密封、不同管径的同轴套管。同轴套管露出中空轴外的一端由具有万向节功能的支座支撑。同轴套管的内管与螺旋给料机相连;外管为浸出液排出管,外管插入浸出室的一端上装有高位溢流堰及溢流导管,溢流堰沿口的高度接近浸出室筒体的水平最高处。机尾中空轴附设密封组件,并插入一组相互密封、不同管径的同轴套管和 1 条非同轴输水管,其中外管为矿渣排出管,其伸入浸出室的部位上径向装有 1 个带漏斗的排渣导管,非同轴输水管置入排渣导管内部,其最高处接近漏斗沿口,漏斗沿口沿水平方向略高于机头的高位溢流堰的沿口;同轴套管的中管为浓密机洗涤水返回管;内管为液态或气态浸出剂(溶质)的输入管,插入浸出室稍深的部位。

机头外另设浓密机,用于浸出后液的初步固液分离。浓密机为上柱面、下锥面的容器,上部设有溢流堰和汇流管;中部设有浸出后液导入管;下部出口与浆料泵相连,浆料泵出口与螺旋给料机料箱连接。机尾另设浓密机,用于矿渣的排出前洗涤与脱水。机尾浓密机为上柱面、下锥面的容器,上部设有溢流堰和汇流管,汇流管与浆料泵连接,浆料泵出口连接机尾同轴套管的中管;浓密机中部设有矿渣导入管;下部出口通过柔性密封件与螺旋排渣机的入口连接;螺旋排渣机由弹簧支座支撑,并设有震实电机,排渣出口设有弹性密封阀头。根据浸出工艺所使用的浸出液系统不同,回转式连续浸出机组的过流部件材质可选用普钢、耐酸不锈钢、工业纯钛、工程塑料衬里或部分复合材料制造。回转式连续浸出机组的部分动力装置设置调速功能,以适应工艺参数的变化。

## 3 实际应用情况

### 3.1 自然铜矿的氨浸

矿料主要为自然铜矿,铜含量约 4% (质量分数,下同),碱性脉石,粒度-10 目。浸出液成分为 H<sub>2</sub>O、(NH<sub>4</sub>)<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>、工业氨水、压缩空气。浸出条件为常温,液固比 1:1.2,时间为 2.5 h。设备为 HLNJ-25(A)型,标称处理能力 25 t/d,设备尺寸 11×1.6×1.5(长×宽×高,m),机组总功率配置为 11 kW。浸出技术指标为 Cu 浸出回收率 96%;

(下转第 158 页)

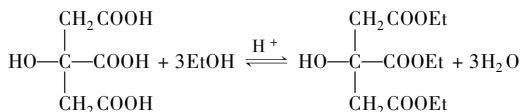
浸出室内设有多个抄板,多组可调或不可调容

贸易(上海)有限公司

柠檬酸,分析级,上海久亿化学试剂有限公司;对甲苯磺酸,分析纯,上海凌峰化学试剂有限公司;95%乙醇,化学纯,国药集团化学试剂有限公司;无水乙醇,分析纯,国药集团化学试剂有限公司;NaA 分子筛透水膜,江苏九天科技股份有限公司。

## 1.2 反应原理

柠檬酸和乙醇反应原理:



## 1.3 合成方法

在设有温度计、搅拌器、精馏柱的反应釜中加入一定量的柠檬酸、乙醇(乙醇与柠檬酸的摩尔比约 5:1)和催化剂对甲苯磺酸(质量约为柠檬酸的 1%),反应温度控制在 120 ~ 125℃,蒸汽渗透的压力约 0.2 MPa。在搅拌下进行加热升温,升至 120℃ 开始计时,工艺流程见图 1。利用乙醇和水形成共沸物的性质,将乙醇和水不断蒸出,起始进行全回流。待检测馏出液的 pH 在 6.5 ~ 8.5,电导率 < 5 μs/cm 时一部分冷凝后回流进反应釜,一部分进入储罐 2,同时开启蒸汽渗透膜脱水设备。乙醇水溶液通过输送泵 2 进入蒸发器,经加热气化后,进

入膜组件进行脱水(膜为 NaA 分子筛膜)。脱水后的乙醇经冷凝器 1 冷凝后进入储罐 1 中,通过可控制流量的输送泵 1 进入反应釜中。反应中不断检测反应釜(釜底)、储罐 2(塔顶)和储罐 1 的水含量,待反应釜中含水质量分数 ≤ 0.1%,同时酸度 ≤ 5 mg/g 时,停止反应。

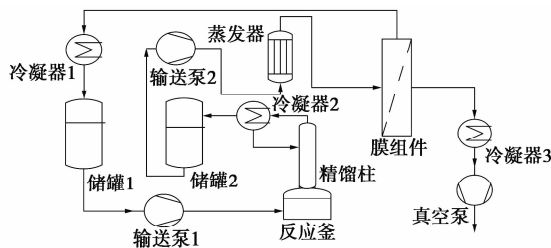


图 1 酯化-蒸汽渗透耦合流程图

反应精馏完毕后冷却,加入蒸馏水进行多次洗涤,再进行减压蒸馏,收集 160℃ 左右的馏分为无色透明的柠檬酸三乙酯。

## 1.4 产品的分析鉴定

(1) 含量测定:根据 GB/T 29967 气相色谱分析法测定。

(2) 酸度测定:用酸碱滴定的方法测定,柠檬酸酸值以 876.6 mg/g 计<sup>[6]</sup>。

(3) 水分测定:用卡尔费休水分仪测定。

(上接第 156 页)

渣含水 ≤ 10%;吨电耗电为 260 kWh,每班劳动力占用(不含运输矿料)为 1 人。

## 3.2 氧化铜矿的溶浸

矿料为氧化铜矿,其中氧化矿部分含铜 2.3%,硫化矿部分含铜 0.6%,银约 30 g/t,酸性脉石,粒度为 -14 目,浸出液成分为 H<sub>2</sub>O、H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>、Fe<sub>2</sub>(SO<sub>4</sub>)<sub>3</sub>、少量 HNO<sub>3</sub>,浸出条件为 25 ~ 40℃、液固比为 1:1,时间 3 h。设备为 HLNJ-50(B)型,标称处理能力为 50 t/d,设备尺寸为 13.5 × 2.5 × 2(长 × 宽 × 高,m),机组总功率配置为 18 kW,浸出技术指标为 Cu 浸出回收率 90%;渣含水 8%;Ag 浸出回收率 75%,吨铜电耗为 300 kWh,每班劳动力占用(不含运输矿料)为 1 人。

## 4 结论

回转式连续逆流浸出机组将浸出、洗涤与过滤等过程合并为一个过程,相对于传统过程来说省工、节能、效率高,不仅能处理高品位的废料,还能处理低品位的自然矿以及尾矿等,该机组能自热运行,且

耐腐蚀、耐高温、耐磨损和抗结晶,为一种非常有应用前途的联动机组。

## 参考文献

- [1] 李洪桂. 湿法冶金学[M]. 长沙:中南大学出版社,2002:1-2.
- [2] 张飞,杨智勇,杨绍泽,等. 连续逆流浸出式生产锰电解液的方法:CN,20111015.9[P]. 2011-06-14.
- [3] 王英,崔政伟. 连续动态逆流提取的现状和发展[J]. 包装与食品机械,2009,27(1):49-53.
- [4] 王艳艳,王团结,陈娟. 连续动态逆流提取技术及其设备研究机电信息[J]. 机电信息,2015,(5):1-11.
- [5] 谢志鹏,刘雪松,陈勇,等. 动态罐组式逆流提取技术在中药生产中的应用研究进展[J]. 中国中药杂志,2007,32(10):884-887.
- [6] 赵秀许,张锦光,王晓光,等. 离心式连续逆流提取机的研究[J]. 制造业自动化,2007,29(12):31-33.
- [7] 周俊培. 中药提取工艺和设备的选择[J]. 中国医药技术与市场,2005,5(6):45-47.
- [8] 田辉. 连续逆流法提取橙皮果胶及其动力学研究[D]. 成都:西华大学,2006.
- [9] 杨时英. 一种多级逆流浸出方法:CN,97101339.X[P]. 1997-01-26. ■