

# 铁屑粉还原沉淀高含铜酸性浸出液工艺中铜的反应行为

杨文魁<sup>1</sup>, 刘胜宏<sup>2</sup>, 曹雷斌<sup>2</sup>, 刘金生<sup>1</sup>, 鲁艺珍<sup>1</sup>

(1. 江西铜业技术研究院有限公司, 江西 南昌 330500; 2. 江西金德铝业股份有限公司, 江西 德兴 334202)

**[摘要]** 采用铁屑粉还原高含铜酸性浸出液,以回收其中的铜,研究了 pH 值、温度、时间及铁屑加入量对还原效果的影响,对所生成的海绵铜进行了 SEM-EDS 及 XRD 物相分析,并通过热力学软件绘制了 Cu-As-Fe-H<sub>2</sub>O 系 φ-pH 图,确定该溶液体系下物相发生的变化,研究其反应机理。实验结果表明,在反应温度为 40 ℃,充分搅拌,时间约 30 min,铁粉加入量为理论量的 1.1 倍,溶液 pH 值不调节的条件下,铜沉淀率可达到 99% 以上,所得到的海绵铜中 As、Te 杂质含量较低。海绵铜内部元素分布较均匀,其形貌以絮状物为主,少量与铁屑粉形貌类似,呈现不规则多边形,絮状物主要为铁粉与浸出液中铜离子充分反应后所生成的产物,多边形颗粒物主要由少量铜、铁、Cu<sub>2</sub>O 及铜砷化合物组成。海绵铜主要由 FeCu<sub>4</sub>、Cu<sub>2</sub>O 及 Cu<sub>3</sub>As 等物相组成。

**[关键词]** 铁屑粉; 酸性浸出液; 酸性废水; 海绵铜; 相转变

**[中图分类号]** TF803.23

**[文献标志码]** A

**[文章编号]** 2097-2423(2025)04-0089-06

**DOI:**10.19610/j.cnki.cn10-1873/tf.2025.04.014

## 0 引言

从含铜酸性浸出液中回收铜的常见方法主要有铁屑置换法、溶剂萃取法、电解法、沉淀法及离子交换法等<sup>[1]</sup>。其中,铁屑置换法是以电负性比铜更大的铁粉将溶液中的铜离子置换沉淀生成海绵铜的方法,该工艺具有成本低廉、操作简便、副产物少及原料适应性强等优点<sup>[2]</sup>。研究溶液酸度、铁屑粒度、反应温度及反应时间等条件对铁屑置换铜的影响,有助于提高浸出液中铜的回收率和反应效率,为该工艺的产业化应用提供重要的理论参考。

前人对铁粉还原沉淀溶液中 Cu<sup>2+</sup> 及 As<sup>3+</sup> 的反应机理进行了研究<sup>[3-5]</sup>。郑帅飞等<sup>[3]</sup> 研究表明,As(Ⅲ)和 Cu(Ⅱ) 离子被 Fe 还原为单质 As 和 Cu 后,As、Cu 进一步结合成 Cu<sub>5</sub>As<sub>2</sub> 化合物,从而促进 As(Ⅲ) 沉淀反应的发生,且无 AsH<sub>3</sub> 生成。郑宇等<sup>[4]</sup> 对反应前后沉淀渣进行了扫描电子显微镜-能谱分析(SEM-EDS),认为沉铜渣的主要成分为 Cu<sub>2</sub>O 和 Cu<sub>3</sub>As,反应产物 Cu<sub>2</sub>O 和 Cu<sub>3</sub>As 在铁粉表面呈点状、散乱分布,没有对铁粉表面形成致密包裹,使反应能够充分进行,增大铁粉加入系数、提高反应温度都能促进 Cu<sub>2</sub>O 和 Cu<sub>3</sub>As 的形成。刘志宏等<sup>[5]</sup> 从热力学分析和试验两方面研究验证了在铁粉置换沉淀海绵铜过程中,不会产生 AsH<sub>3</sub> 气体。

一些学者对铁屑置换含铜溶液的工艺条件进行了一定研究<sup>[6-14]</sup>。吴莹等<sup>[6]</sup> 以铁屑置换铜离子浓度为 15.8 g/L 的废液,结果表明,在 pH 值为 2.0、铁粉为理论量 1.15 倍、温度为 65 ℃、反应时间为 2 h 的最佳条件下,铜回收率可达到 98%。黄捷等<sup>[11]</sup> 研究结果显示,铁粉置换铜离子浓度为 10.66 g/L 废水的最佳条件为常温,pH 值为 2~4,铁粉为理论量 1.5 倍,反应时间为 15 min,在此条件下,铜置换率可达 98% 的最高值。杨超等<sup>[9]</sup> 进行了采用铁粉从铜转炉烟灰酸性浸出液中置换铜的研究,结果表明,当浸出液 pH 值为 3,铁粉为理论量 1.3 倍,温度

**[收稿日期]** 2025-01-03

**[作者简介]** 杨文魁(1985—),男,工学博士,高级工程师,主要从事有色金属矿渣分离与提纯工作。

**[通信作者]** 刘胜宏(1969—),男,本科,高级工程师,研究方向为有色金属冶金。

**[引用格式]** 杨文魁,刘胜宏,曹雷斌,等.铁屑粉还原沉淀高含铜酸性浸出液工艺中铜的反应行为[J].绿色矿冶,2025,41(4):89-94.

YANG Wenkui, LIU Shenghong, CAO Leibin, et al. Reaction behavior of copper in the process of iron filings powder reducing and precipitating high copper acidic leaching solution[J]. Sustainable Mining and Metallurgy, 2025, 41(4): 89-94.

为 40 ℃, 反应时间为 1 h 时, 铜置换率可达到最大值。

此外, 关于铁屑置换铜的动力学研究结果表明<sup>[1,15-16]</sup>, 该置换过程符合扩散控制机理, 铁屑的粒度对反应速率和效果有显著影响, 较小粒度的铁屑具有较大的比表面积, 能够提供更多的反应位点, 从而提高反应速率和铜回收率。充分的搅拌可以提高反应物的接触效率, 促进铜离子的置换和沉淀。

尽管前人对铁粉还原沉淀溶液中  $\text{Cu}^{2+}$  及  $\text{As}^{3+}$  的反应机理、工艺条件及动力学进行了部分研究, 但研究中浸出液铜含量均较低, 针对高铜含量溶液的铜置换沉淀的反应机理研究尚未见报道。本文研究了 pH 值、温度、时间及铁屑加入量对铁屑还原高铜含量浸铜液的影响, 得到铁屑置换的最佳条件, 提高海绵铜产品的合格率及降低处理成本, 并对所生成的海绵铜的微观形貌及物相组成进行分析, 结合 Cu-As-Fe-H<sub>2</sub>O 系  $\varphi$ -pH 图结果, 明确该溶液体系条件下稳定存在的物相, 研究其反应行为。

## 1 实验

### 1.1 实验原料

实验所用铁屑粉为某厂铜浮渣冶炼用的还原剂。经电感耦合等离子体发射光谱法分析, 铁屑粉含铁量约 91%, 激光粒度分析结果显示 90% 的铁屑粉粒径低于 361.9  $\mu\text{m}$ , 采用场发射扫描电子显微镜进行 SEM-EDS 分析, 其 200 倍及 1 000 倍的微观形貌如图 1 所示, 对应点的 EDS 分析结果见表 1。由图 1 可知, 该铁屑粉的微观形貌主要为不规则的多边形, 其中少量细小颗粒会聚集在一起形成多孔、类球形烧结体形貌。由表 1 可知, 铁屑粉中部分颗粒被检测出少量 O 元素, 说明该铁屑粉中有少量已经被氧化。

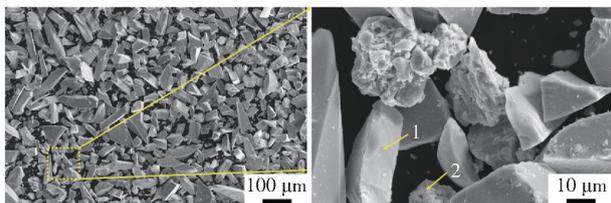


图 1 铁屑粉扫描电镜图片

表 1 铁屑粉不同位置的成分 %

位置编号	Fe	O
1	100.0	0.0
2	95.4	4.6

含铜酸性溶液来自铋冰铜在常压纯氧化条件下的酸性浸出液, 其主要化学成分见表 2。

表 2 含铜酸性浸出液成分

元素	g/L			
	Cu	Te	Fe	As
含量	27.90	0.45	2.83	1.36

### 1.2 仪器设备

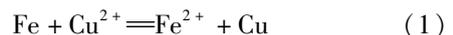
电感耦合等离子体发射光谱仪 (ICP-OES, 型号: Avio 200); 场发射扫描电子显微镜 (型号: Apreo 2 S HiVac); 搅拌机 (型号: LC-ES-60); 数显恒温水浴锅 (型号: HH-4); X 射线衍射仪 (型号: ARL 9900)。

### 1.3 实验方法

将 800 mL 的含铜酸性浸出液装入 1 L 的烧杯中, 通过搅拌机进行搅拌。通过数显恒温水浴锅控制反应温度, 到达反应温度后, 将预先称量好的铁粉在 5 min 左右的时间内分批次加入, 要防止加入过快, 产生大量氢气, 增加铁粉消耗量, 并开始计时。反应结束后, 将反应物过滤、洗涤后分别得到海绵铜及置换尾液, 通过 ICP-OES 分析置换尾液中 Cu 元素含量及海绵铜中 Cu、Te、Fe、As 等元素含量。对浸出渣和铁屑的微观形貌及成分进行 SEM-EDS 分析, 通过 X 射线衍射法对浸出渣进行物相分析。

### 1.4 实验原理

采用铁屑粉置换含铜浸出液中的铜生成海绵铜, Fe 以  $\text{FeSO}_4$  的形式进入置换尾液中, 该置换尾液可以考虑通过蒸发浓缩进一步回收  $\text{FeSO}_4$ , 也可以直接并入酸性废水。此外, 浸出液中部分碲、砷等元素也会进入置换渣中。由于碲、砷等杂质元素含量会影响海绵铜产品计价, 本文海绵铜产品要求铜含量 > 70%, 其他杂质含量尽可能降低。其原理主要是利用溶液中相对负电性的金属置换正电性金属离子<sup>[17]</sup>, 发生的主要反应如式 (1) 所示。



## 2 结果与讨论

### 2.1 浸出液 pH 值对置换的影响

取 800 mL 浸铜液, 控制搅拌转速为 300 r/min, 反应时间为 30 min, 反应温度为 60 ℃, 按理论用量的 1.1 倍加入铁屑粉末, 通过添加适量的 NaOH 固体调节浸铜液初始 pH 值为 0.2、0.5、1.0 及 1.5, 考察浸铜液 pH 值对浸出液中 Cu、As 及 Te 沉淀率的影响, 其结果如图 2 所示。

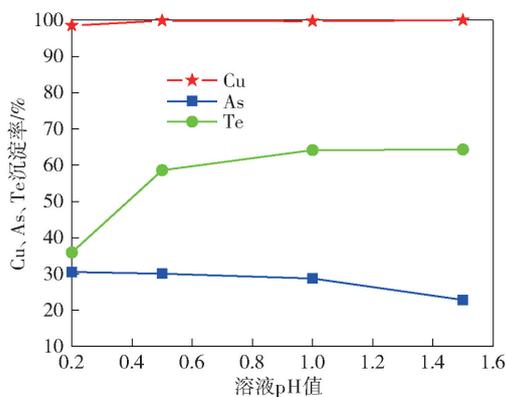


图2 pH值对浸出液中不同元素置换沉淀的影响

由图2可知,随着浸铜液pH值逐渐增加,碲沉淀率先增加后基本不变,砷沉淀率小幅减小,铜沉淀率均高达99%左右,波动较小。可能是因为随着浸铜液pH值的增加,铁粉还原沉淀铜的速率增加,使铜粉与浸铜液中碲的反应更充分,从而使碲沉淀率先增加后基本不变。由于含铜酸性浸铜液的pH值约为0.2,增加pH值需额外增加NaOH的消耗量,且浸铜液pH值为0.2左右时,铜的置换率基本接近最高值,因此,浸铜液可以直接用铁屑粉进行置换,不需额外调节pH值。

### 2.3 反应温度对置换的影响

取800 mL浸铜液,控制搅拌转速为300 r/min,反应时间为30 min,铁屑理论用量为22.34 g,按理论用量的1.1倍加入铁屑粉末,分别控制反应温度为40℃、50℃、60℃及70℃,考察反应温度对浸出液中Cu、As及Te沉淀率的影响,其结果如图3所示。

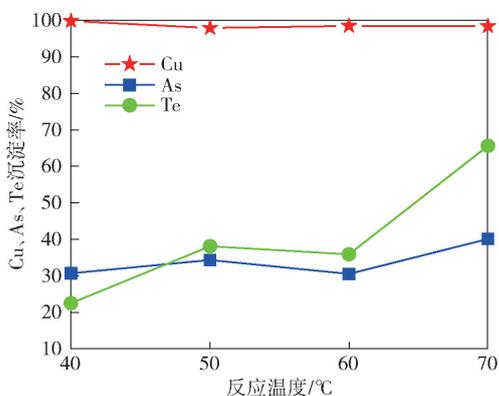


图3 反应温度对浸出液中不同元素置换沉淀的影响

由图3可知,当反应温度逐渐增加后,碲的沉淀率显著提高,砷的沉淀率小幅增加,铜的沉淀率均高达99%左右,波动较小。随着温度的升高,生成的铜粉与浸铜液中碲及砷反应的趋势增加。考虑到温

度升高后Te、As被还原进入海绵铜的量增加而影响海绵铜中铜的计价系数,因此,浸出温度控制在40~50℃,以降低海绵铜中杂质的含量。

### 2.4 反应时间对置换的影响

取800 mL浸铜液,控制搅拌转速为300 r/min,反应温度为60℃,按理论用量的1.1倍加入铁屑粉末,分别控制反应时间为15 min、30 min、45 min及60 min,考察反应时间对浸出液中Cu、As及Te沉淀率的影响,其结果如图4所示。

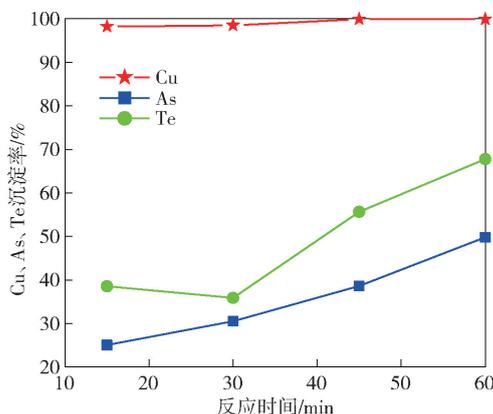


图4 反应时间对浸出液中不同元素置换沉淀的影响

由图4可知,当反应时间逐渐增加后,砷和碲的沉淀率明显增加,铜的沉淀率均高达99%左右,波动较小。随着反应时间的增加,生成的铜粉与浸铜液中砷和碲的反应更充分,从而提高了砷和碲的沉淀率。考虑到反应时间增加后Te、As被还原进入海绵铜的量增加而影响海绵铜中铜的计价系数,建议反应时间控制在30 min左右,降低海绵铜中Te、As杂质的含量。

### 2.5 铁屑加入量对置换的影响

取800 mL浸铜液,控制搅拌转速为300 r/min,反应时间为30 min,反应温度为60℃,铁屑加入量分别为理论用量的1.0、1.1、1.2及1.3倍,考察铁屑加入量对浸出液中Cu、As及Te沉淀率的影响,其结果如图5所示。

由图5可知,铁屑加入量为理论量的1倍时,碲沉淀率较低,As沉淀率降至10%左右,而随着铁屑过量系数逐渐增加,As沉淀率迅速增加,碲沉淀率缓慢增加,铜沉淀率均高达99%左右,波动较小。主要是因为随着浸出液中铜含量降至痕量后,过量的铁粉将会还原浸出液中的砷生成单质As,该单质As会与Cu进一步结合而沉淀于海绵铜中<sup>[1]</sup>。因此,铁屑加入量宜控制在理论加入量的1.1倍左右,可以显著降低海绵铜中Te和As杂质的含量。

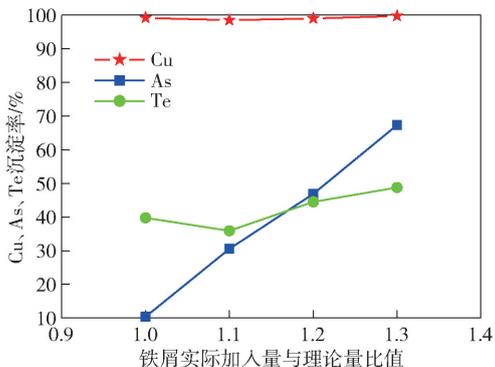


图5 铁屑加入量对浸出液中不同元素置换沉淀的影响

根据上述铁屑粉还原浸铜液的条件优化实验结果可知,铁屑粉置换浸铜液的最佳条件为反应温度 40 ℃,充分搅拌,反应时间约 30 min,铁粉加入量为理论量的 1.1 倍左右,pH 值不需要调节,浸出液可以直接进行铁粉还原。

### 2.6 海绵铜的微观形貌及成分

为进一步了解铁粉置换浸铜液生成海绵铜的机理,以某反应所得海绵铜样品为例,对其进行表面及内部截面的 SEM 分析。图 6(a) 及 6(b) 为海绵铜颗粒表面形貌,图 6(c) 及 6(d) 为海绵铜经镶嵌磨样后呈现的形貌。

由图 6(a) 及 6(b) 可知,生成的海绵铜颗粒形貌以絮状物为主,少量颗粒形貌与铁屑粉形貌类似,呈现不规则多边形,该结果与郑宇等<sup>[4]</sup>报道的结果基本一致。由图 6(c) 及 6(d) 可知,截面形貌呈现致密颗粒为主,少量颗粒已被磨平至颗粒内部,少量颗粒未被磨到,仍以絮状形貌为主。

表 3 为对应海绵铜不同位置 EDS 分析所得到的成分。由表 3 可知,絮状颗粒 1 的铜含量高至 88.3%,铁含量较低为 0.7%,基本不含 As,多边形颗粒物 2 的铜含量低至 38.4%,铁含量为 12.7%,

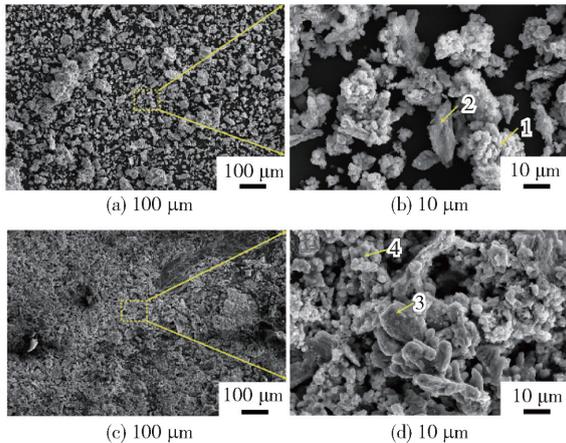


图6 海绵铜表面及内部的微观形貌

且 As 含量较絮状物明显升高。可以推测,絮状物主要为铁粉与浸出液中铜离子充分反应后所生成的产物,多边形颗粒物主要由少量铜、铁、Cu<sub>2</sub>O 及铜砷化合物组成<sup>[1]</sup>。磨平颗粒 3 与絮状颗粒 4 的成分表明,海绵铜颗粒表面及内部的成分基本一致,说明铁粉置换海绵铜反应较彻底。图 7 为图 6(d) 区域对应的面扫成分分析结果。由图 7 可知,该区域铜元素分布较均匀,其次为氧元素,少部分区域会出现铁、碲及砷等元素。

表3 海绵铜不同位置的成分 %

位置编号	Cu	As	Te	Fe	O
1	88.3	0	0	0.7	11.0
2	38.4	3.8	0	12.7	45.1
3	86.9	1.3	1.5	0.6	9.8
4	75.4	0.8	0	0.6	23.2

### 2.7 海绵铜的物相分析

以某两组实验所得低砷含量及高砷含量的海绵铜为代表进行海绵铜的物相分析,其 XRD 分析结果

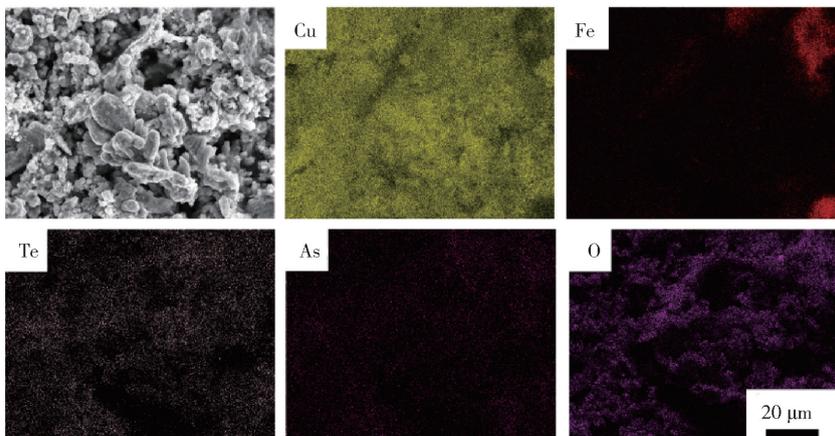


图7 海绵铜样品面扫分析结果

如图8所示。由图8可知,不同条件下实验所得海绵铜的物相组成基本一致,海绵铜主要由  $\text{FeCu}_4$ 、 $\text{Cu}_2\text{O}$  及  $\text{Cu}_3\text{As}$  等物相组成。 $\text{Cu}_2\text{O}$  主要为新生态的原子铜与体系中存在的  $\text{Cu}^{2+}$  继续发生氧化还原反应而生成,见式(2)。

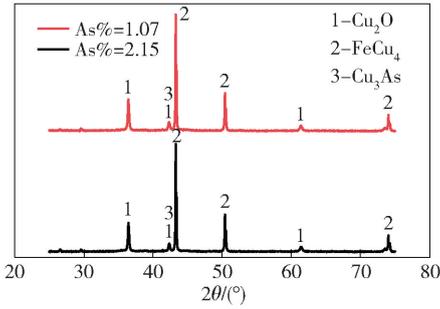
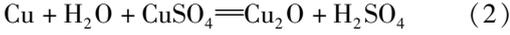


图8 低砷和高砷海绵铜样品的 XRD 分析结果

### 2.8 60 °C下 Cu-As-Fe-H<sub>2</sub>O 系 φ-pH 图

为了解平衡条件下不同氧化还原电势和 pH 值下溶液体系内各种形态化合物是否稳定存在,使用 Factsage 8.1 绘制了 60 °C 下 Cu-As-Fe-H<sub>2</sub>O 体系的 φ-pH 图,结果如图9所示。由图9可知,在 pH 值为 0.2 区域的酸性浸出液中,加入铁粉后,电势 φ 逐渐降低,溶液中稳定存在的物相会逐渐发生以下转变: $\text{H}_3\text{AsO}_4 + \text{Cu}^{2+} \rightarrow \text{As}_2\text{O}_3 + \text{Cu}^{2+} + \text{Fe}^{2+} \rightarrow \text{Cu}_3\text{As} + \text{Cu}^{2+} + \text{Fe}^{2+} \rightarrow \text{Cu}_3\text{As} + \text{Cu} + \text{Fe}^{2+}$ 。因此,当铁粉加入量大于理论量后,因有少量过剩的 Fe 存在,该酸性溶液体系中稳定存在的物相主要为  $\text{Fe} + \text{Cu}_3\text{As} + \text{Cu} + \text{Fe}^{2+}$ ,结合海绵铜 XRD 物相分析结果可推测,过剩的 Fe 会与 Cu 生成  $\text{FeCu}_4$ 。该结果与海绵铜的 SEM-EDS 及 XRD 的分析结果基本一致。

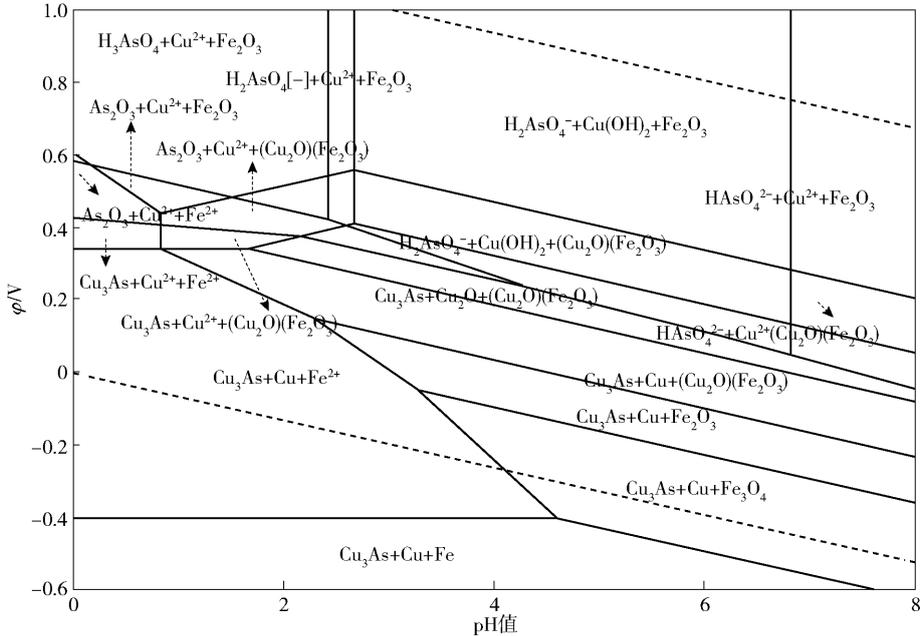


图9 60 °C下 Cu-As-Fe-H<sub>2</sub>O 体系的 φ-pH 平衡相图

## 3 结论

本文研究了 pH 值、温度、时间及铁屑加入量对铁屑粉还原浸铜液的影响,得出铁粉置换浸铜液生成海绵铜产品的最佳条件,并对所生成的海绵铜分别进行了 SEM-EDS 及 XRD 物相分析,并通过热力学软件 Factsage8.1 绘制了 Cu-As-Fe-H<sub>2</sub>O 系 φ-pH 图,为铁粉置换浸铜液的工业试验提供理论参考,主要结论如下:

1) 铁屑粉还原含铜溶液的最佳条件为反应温度 40 °C,充分搅拌,反应时间约 30 min,铁粉加入量

为理论量的 1.1 倍左右,pH 值不需要调节。在该置换条件下,铜沉淀率可达到 99% 以上,所得到的海绵铜中 As、Te 杂质含量较低。

2) 海绵铜 SEM-EDS 分析结果表明,海绵铜内部元素分布较均匀,其形貌以絮状物为主,少量与铁屑粉形貌类似,呈现不规则多边形,絮状物主要为铁粉与浸出液中铜离子充分反应后所生成的产物,多边形颗粒物上主要由少量铜、铁、 $\text{Cu}_2\text{O}$  及铜砷化合物组成。

3) 海绵铜 XRD 物相分析结果表明,海绵铜主要由  $\text{FeCu}_4$ 、 $\text{Cu}_2\text{O}$  及  $\text{Cu}_3\text{As}$  等物相组成。

4) Cu-As-Fe-H<sub>2</sub>O 系  $\varphi$ -pH 图结果显示,当加入铁粉后,电势  $\varphi$  逐渐降低,溶液中稳定存在的物相会逐渐发生以下转变:  $\text{H}_3\text{AsO}_4 + \text{Cu}^{2+} \rightarrow \text{As}_2\text{O}_3 + \text{Cu}^{2+} + \text{Fe}^{2+} \rightarrow \text{Cu}_3\text{As} + \text{Cu}^{2+} + \text{Fe}^{2+} \rightarrow \text{Cu}_3\text{As} + \text{Cu} + \text{Fe}^{2+}$ 。

### [参考文献]

- [1] 许玉东,张雅琼,黄启成,等. 线路板污泥酸浸液中铜的置换回收[J]. 环境工程学报,2012,6(11):4083-4088.
- [2] 解正军. 用粗铜分析废液加不同粒度铁屑制取海绵铜研究[J]. 四川有色金属,2014(2):35-36,54.
- [3] 郑帅飞,宋卫锋,何如民,等. 酸性废水中 As(III), Cu(II)与铁粉的反应行为[J]. 矿冶工程,2020,40(2):94-97.
- [4] 郑宇,邓志敢,樊光,等. 铁粉还原法沉淀 Cu(II), As(III)的反应行为[J]. 中国有色金属学报,2019,29(6):1298-1306.
- [5] 刘志宏,潘庆琳,刘智勇,等. As(III)在酸性水溶液中与金属铁的反应行为[J]. 中国有色金属学报,2015,25(10):2945-2952.
- [6] 吴莹,于艳杰,方登志,等. 某强酸性高浓度砷铜废液的处置及回收工艺研究[J]. 工业水处理,2019,39(10):82-84.
- [7] 柳林,王威,孙启亮,等. 用铁粉从酸性淋洗液中置换

- 金银铜试验研究[J]. 湿法冶金,2019,37(6):474-4776.
- [8] 徐刚芳,杨世莹,王鹏程,等. 从高铜低砷溶液综合回收砷铜工艺研究[J]. 中国有色冶金,2017,46(6):69-71.
- [9] 杨超,李辉,刘岩,等. 从铜转炉烟灰中回收铜锌试验研究[J]. 湿法冶金,2016,35(2):120-124.
- [10] 王为振,王云,常耀超,等. 铁粉还原法从含金滤液中回收金银铜[J]. 有色金属(冶炼部分),2016,(11):43-44.
- [11] 黄捷,王强胜,李建芬,等. 铁置换法处理含铜废水的实验研究[J]. 化学工程师,2015,29(9):36-38.
- [12] 马兰,段莉萍,郝丽萍,等. 置换法处理含铜废液的研究[J]. 兵器材料科学与工程,2014,37(6):43-45.
- [13] 王玉棉,周兴,黄雁,等. 黑铜泥酸性浸出及铜砷分离研究[J]. 兰州理工大学学报,2011,37(6):19-22.
- [14] 段志毅,孙胜奇. 低品位氧化铜矿酸浸制取海绵铜[J]. 中国资源综合利用,2009,27(5):20-22.
- [15] 江丽,李义连,张富有. 铁屑置换沉淀海绵铜动力学研究[J]. 环境科学与技术,2009,32(7):148-151.
- [16] 金洋华,吴世学. 铁粉表面置换镀铜的动力学[J]. 材料导报,2007,21(F05):226-229.
- [17] 江城. 铜阳极泥浸出液置换沉淀铜铋试验研究[J]. 有色冶金节能,2022,38(3):7-10.

## Reaction Behavior of Copper in the Process of Iron Filings Powder Reducing and Precipitating High Copper Acidic Leaching Solution

YANG Wenkui<sup>1</sup>, LIU Shenghong<sup>2</sup>, CAO Leibin<sup>2</sup>, LIU Jinsheng<sup>1</sup>, LU Yizhen<sup>1</sup>

(1. Jiangxi Copper Technology Research Institute Co., Ltd., Nanchang 330500, China;

2. Jiangxi Jinde Lead Industry Co., Ltd., Dexing 334202, China)

**Abstract:** The acid leaching solution with high copper content was reduced by iron powder to recover copper. The effects of pH value, temperature, time and iron powder addition on the reduction effect were studied. The SEM-EDS and XRD phase analysis of the generated sponge copper were carried out. The  $\varphi$ -pH diagram of Cu-As-Fe-H<sub>2</sub>O system was drawn by thermodynamic software to study the change of phase in the solution system. The results show that when the reaction temperature is 40 °C, the reaction time is about 30 min, the amount of iron powder is about 1.1 times of the theoretical amount, and the pH value of the solution is not adjusted, the copper precipitation rate can reach more than 99%, and the content of As and Te impurities in the obtained sponge copper is low. The internal elements of sponge copper are evenly distributed, and its morphology is mainly flocculent. A small amount is similar to the morphology of iron powder, showing irregular polygons. The flocculent is mainly the product of the full reaction of iron powder and copper ions in the leaching solution. The polygonal particles are mainly composed of a small amount of copper, iron, Cu<sub>2</sub>O and copper arsenic compounds. Sponge copper is mainly composed of FeCu<sub>4</sub>, Cu<sub>2</sub>O and Cu<sub>3</sub>As.

**Key words:** iron filings; acid leaching solution; acid waste water; sponge copper; phase transformation