

# 废铅酸蓄电池铅膏中物理性杂质的精细分离

杨翠婷<sup>1</sup>, 陈彪<sup>1</sup>, 张俊丰<sup>1</sup>, 曹靖<sup>2</sup>, 黄妍<sup>1</sup>

(1. 湘潭大学环境与资源学院, 湖南湘潭 411105; 2. 湘潭大学化学学院, 湖南湘潭 411105)

**[摘要]** 废铅酸蓄电池铅膏中物理性杂质(塑料、铅栅/粉和纤维)含量高,对铅膏颗粒的黏连强、难分离,会对铅膏免冶炼回收过程产生重要影响。本文以烷基酚聚氧乙烯聚氧丙烯醚(APEP)作为分散剂,对废铅膏颗粒进行分散,并设计双旋流强制分散装置和混动力精细筛分装置对物理性杂质进行精细分离。通过考察 APEP 添加量、pH 值及装置参数对分离效果的影响,发现 APEP 用量为 0.1 mg/L、pH 值为 5.0 时,乳化分散效果较好,废铅膏的 Zeta 电位达到 22.5 mV,平均粒径仅为 3.2 μm;在此条件下进一步优化设备参数,当混合物进口流速和气含率分别为 8 m/s 和 15%、回旋频率和压缩空气量分别为 50 次/min 和 2.5 m<sup>3</sup>/h 时,塑料、铅栅/粉和纤维的去除率分别可达到 99.75%、82.54% 和 99.65%,各分离物对铅膏的夹带率仅为 0.17%、0.06% 和 0.36%。该研究为再生铅行业提供了一条生产净铅膏稳定可靠高效的方法,为铅膏免冶炼回收技术的应用提供了有利条件。

**[关键词]** 废铅酸蓄电池;铅膏;物理性杂质;乳化分散;精细分离;免冶炼;APEP;Zeta 电位

**[中图分类号]** X758; TM912; TF812 **[文献标志码]** A **[文章编号]** 1672-6103(2023)01-0016-08

**DOI:** 10.19612/j.cnki.cn11-5066/tf.2023.01.002

近年来我国每年产生的废铅酸蓄电池有 600 万 t 以上,这既是一种危险废物,也是最重要的再生铅资源,其回收对铅资源循环和环境保护的意义重大<sup>[1-2]</sup>。废铅酸蓄电池中含铅膏 40%~60%,量大且成分复杂<sup>[3-4]</sup>,其资源化一直是行业的重点和难点<sup>[5-6]</sup>。废铅膏免冶炼转化是废铅酸蓄电池资源在“双碳”目标使命下绿色循环的重要发展方向。然而,当前主流破碎分选装备得到的废铅膏中还含有 3%~5% 的铅栅/铅粉和 10%~12% 的杂质(塑料碎片、玻璃纤维等),不能适应免冶炼转化的需要<sup>[7]</sup>。废铅膏的混杂程度深,杂质与铅膏颗粒之间存在强交联作用,传统的物理筛分方式效率很低;而化学溶解的除杂方式,须消耗大量药剂,成本很高。杨家宽等<sup>[8]</sup>研究了孔径 85~106 μm 筛网筛分和摇床重选的方法,可去除废铅膏中 99% 以上的物理性

杂质。胡彪等<sup>[9]</sup>通过 154 μm、77 μm、54 μm 孔径逐级漂洗筛分和电解分离,有效去除了废铅膏中的纤维。张俊丰等<sup>[10-11]</sup>利用 45~53 μm 孔径的筛网连续筛分,借助水力冲荡作用,可使筛下物杂质含量小于 0.5%。曹靖等<sup>[12]</sup>采用表面活性剂促进铅膏分散后,杂质筛分率得到了进一步提高。单一的物理方法难以经济高效去除废铅膏中的杂质,水动力强化与表面助剂改性等均可在一定程度上提升杂质分离效果。

烷基酚聚氧乙烯聚氧丙烯醚(APEP)含有一C<sub>2</sub>H<sub>4</sub>O和酚羟基等亲水基团,可与以硅酸盐为主的玻璃纤维结合,一C<sub>9</sub>H<sub>19</sub>、苯基、一C<sub>3</sub>H<sub>6</sub>O等疏水基团可与硫酸铅和二氧化铅等疏水性物质相结合,改变颗粒表面的 Zeta 电位,从而使铅组分颗粒与玻璃纤维等物理性杂质实现个体自由化。为了进一步提高废铅膏中铅栅及杂质的分选精度与效率,针对铅膏中杂质的复杂交互作用破解,本文使用烷基酚聚氧乙烯聚氧丙烯醚(APEP)作为分散剂,设计了双旋流强制分散装置和混动力精细筛分装置,对废铅膏中的塑料碎片、铅栅/粉和纤维细丝实施目标个体自由化与精细分离,为铅膏免冶炼回收技术的应用奠定基础。

## 1 试验介绍

### 1.1 材料和仪器

试验所用主要原料为骆驼集团某再生资源有

**[收稿日期]** 2022-08-10

**[作者简介]** 杨翠婷(1998—),女,广西南宁人,硕士研究生,主要从事环境工程方面研究。

**[通信作者]** 张俊丰(1976—),男,吉林永吉人,教授,研究方向为铅锂电池资源循环。

**[基金项目]** 国家自然科学基金面上项目(52070159);湖南省高新技术产业科技创新引领计划(2021GK4061)。

**[引用格式]** 杨翠婷,陈彪,张俊丰,等. 废铅酸蓄电池铅膏中物理性杂质的精细分离[J]. 中国有色冶金, 2023, 52(1): 16-23.

限公司提供的废铅膏。所使用的主要药剂为烷基酚聚氧乙烯聚氧丙烯醚 (AR, 来自天津市大茂化学试剂厂)。

试验所用主要仪器为电位粒度仪 (Zetasizer nano ZS90, 英国马尔文仪器公司)、自制双旋流强制分散装置和混动力精细筛分装置。双旋流强制分散装置 (图 1) 主体为旋流清洗器, 由进口管道、均布室、下旋锥体、内旋上升管和出口管道构成, 进口管道上设置压缩空气注入管, 内旋上升管中设置导流片。其中, 下旋锥体的锥度为 1:2, 内旋上升管内导流片的倾斜角为  $20^\circ$ , 导流片数量为 10 片。该装置主要是通过向水中加入压缩空气制造旋流, 利用下旋流和上旋流进行强制清洗和分离。

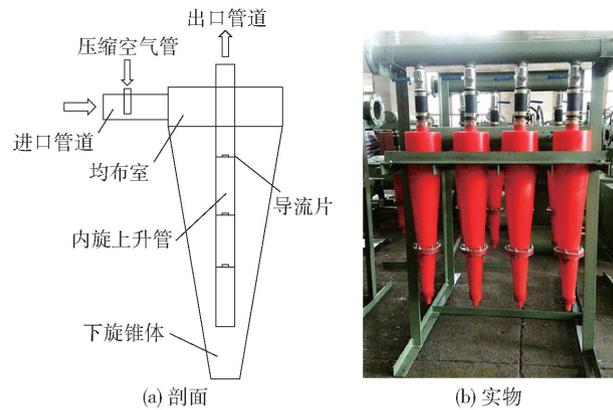


图 1 双旋流强制分散装置

Fig. 1 Double cyclone forced dispersion device

混动力精细筛分装置 (图 2) 包括不锈钢精细网筛、电机、铅膏沉降罐、铅膏出料口、压缩空气管道、纤维和铅栅等筛上物排出槽、回旋联动杆等部件。含纤维和铅栅/粉等杂质的废铅膏浆液在气力、水力和回旋机械力作用下, 通过精细筛分实现铅膏与杂质的分离。

## 1.2 试验方法

### 1.2.1 废铅膏的成分分析

将原始废铅膏清洗后烘干, 废铅膏中的硫酸铅、二氧化铅、氧化铅和铅的含量采用化学滴定法测定 (依据 GB/T 23636—2017), 再采用扫描电子显微镜 (SEM) 分析废铅膏的形貌。

### 1.2.2 废铅膏乳化分散和精细分离

往废铅膏中加入水制成固液比为 1:10 的浆液, 探究 pH 值和乳化分散剂烷基酚聚氧乙烯聚氧丙烯醚 (APEP) 浓度和装置参数对塑料碎片、铅栅/粉和纤维分离效果的影响。同时, 检测乳化后废铅膏的

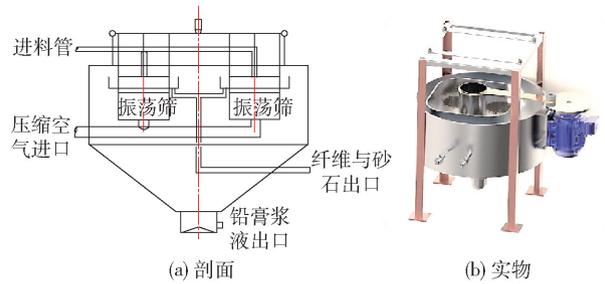


图 2 混动力精细筛分装置

Fig. 2 Hybrid power fine screening device

粒径及 Zeta 电位的变化。采用分离去除率和去除物对铅膏的夹带率衡量分离效果。

试验流程如图 3 所示, 混合浆液使用双旋流强制分散装置进行乳化分散, 使玻璃纤维和塑料碎片等杂质从铅膏的包裹中游离出来, 并将塑料碎片分离去除。然后, 使用混动力精细筛分装置对废铅膏进行冲洗, 并利用物料的几何尺寸差异, 在 400 目网筛作用下进行精细筛分 (筛网浸没至液下的深度为 10 mm), 收集筛上物 (纤维等杂质) 和筛下物 (铅膏)。

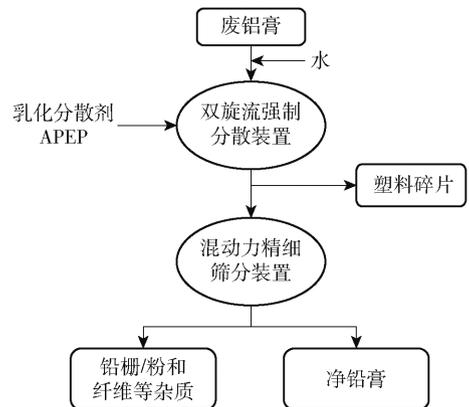


图 3 试验流程

Fig. 3 Experimental process flow

### 1.2.3 数据分析

废铅膏中塑料、铅栅/粉或纤维的去除率和分离所得塑料、铅栅/粉或纤维中铅膏的夹带率的检测和计算方法: 将第一次分离 (双旋流强制分散) 得到的塑料碎片干燥后称重, 再用化学滴定法 (GB/T 23636—2017) 测定其中铅膏 (硫酸铅、二氧化铅、氧化铅和铅) 的含量, 即可得知分离得到纯塑料的质量以及夹带的铅膏质量; 再将第一次分离得到的铅膏中的铅组分完全溶解后焙烧挥发将塑料碎片从纤维等杂质的混合物中分离, 即可知分离所得铅膏中

塑料杂质的质量。将第二次分离(混动力精细筛分)收集的筛上物(铅栅/粉和纤维等杂质)用分样筛进行多级筛分后分别得到铅栅/粉和纤维,干燥后称重,再使用化学滴定法测定其中铅膏的含量,即可得知分离得到纯铅栅/粉或纤维的质量以及夹带的铅膏的质量;再将第二次分离收集的筛下物(铅膏)中的铅组分完全溶解后即可得到铅栅/粉和纤维样品,筛分后干燥称重,可知分离所得铅膏中铅栅/粉或纤维的质量。去除率计算式见式(1),夹带率计算式见式(2)。

$$\gamma_i = \frac{a_i}{a_i + b_i} \times 100\% \quad (1)$$

$$\gamma_{i\text{夹带}} = \frac{d_i}{a_i + d_i} \times 100\% \quad (2)$$

式中: $i$ 表示塑料、铅栅/粉或纤维; $\gamma_i$ 为废铅膏中塑料、铅栅/粉或纤维的去除率,%; $\gamma_{i\text{夹带}}$ 为分离所得塑料、铅栅/粉或纤维中的铅膏夹带率,%; $a_i$ 为分离所得纯塑料、铅栅/粉或纤维(不含铅膏)的质量,g; $b_i$ 为分离所得铅膏中塑料、铅栅/粉或纤维质量,g; $d_i$ 为分离所得塑料、铅栅/粉或纤维中铅膏的质量,g。

## 2 试验结果与讨论

### 2.1 废铅膏的成分及形貌

废铅膏的成分分析如表1所示。由表1可知,试验所用的废铅膏主要由硫酸铅、二氧化铅、氧化

铅、铅和杂质组成,其中铅包含正负极粉中的单质铅粉和破碎分选过程中带入铅栅颗粒。本文将玻璃纤维和塑料碎片等颗粒较大且含量较高的杂质称为物理性杂质,这些杂质对铅回收率、系统的稳定运行和药剂的非反应消耗影响较大。

表1 废铅膏的主要成分

Table 1 Main compositions of waste lead paste

| 成分                | 含量/% |
|-------------------|------|
| PbSO <sub>4</sub> | 54.5 |
| PbO <sub>2</sub>  | 32.3 |
| PbO               | 1.4  |
| 铅栅/粉              | 3.9  |
| 玻璃纤维              | 5.7  |
| 塑料碎片              | 0.9  |
| 其他杂质              | 1.3  |

废铅膏的形貌如图4所示。由图4可知,废铅膏的混杂程度高,颗粒尺寸相差较大,且组分间存在相互黏附作用和团聚现象。这是由于在铅蓄电池生产和制造时,铅膏中加入了较多具有一定吸附能力的添加剂,如腐殖酸、木质磺酸钠、短纤维和炭黑等;在电池使用过程中,随着正负极粉的不断硫酸盐化,硫酸铅晶体不断团聚成簇;在废铅酸蓄电池的破碎分选过程中,少量塑料外壳碎片和部分纤维隔板会进入废铅膏,同时在废铅膏絮凝沉降过程中增强黏附和团聚作用。

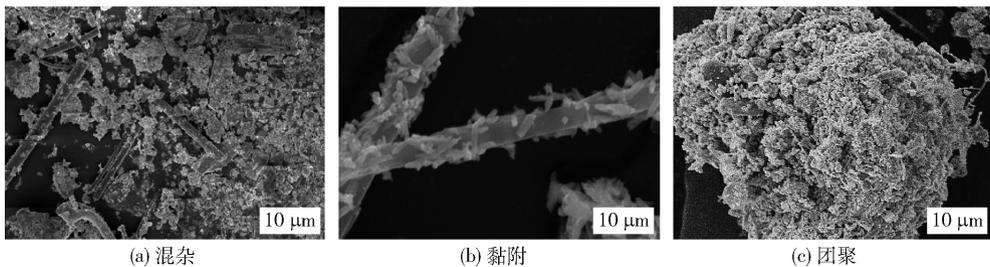


图4 废铅膏的SEM图

Fig. 4 SEM images of waste lead paste

### 2.2 废铅膏中铅组分与杂质的乳化分散

本文采用烷基酚聚氧乙烯聚氧丙烯醚(APEP)作为乳化分散剂,对废铅膏进行分散处理。控制双旋流强制分散装置的进口流速为2 m/s,气含率为10%;将加入的乳化分散剂APEP的浓度分为7个等级,记作a~g,其中a=0、b=0.001 mg/L、c=0.01 mg/L、d=0.1 mg/L、e=1 mg/L、f=10 mg/L和

g=100 mg/L APEP。以APEP浓度为0、浆液pH为7.0作为空白对照组进行试验,试验结果如图5所示。结果表明,APEP的用量与浆液的pH值对废铅膏的Zeta电位和平均粒径具有显著影响。废铅膏的初始Zeta电位和平均粒径分别为5.1 mV和8.8 μm,当APEP为0.1 mg/L,pH值为5.0时,废铅膏的Zeta电位达到最大值22.5 mV,约为初始值的

4.41倍,平均粒径仅为3.2  $\mu\text{m}$ ,较初始值降低了63.64%,表明APEP对废铅膏的乳化分散效果最佳。当乳化剂用量过低时,没有足够的亲/疏水基团参与分散作用;当乳化剂用量过高时,浆液黏稠度增

加,也不利于废铅膏颗粒的乳化分散。pH值主要是通过改变颗粒表面的 $\text{H}^+$ / $\text{OH}^-$ 浓度,改变亲/疏水基团的亲/疏水性能<sup>[13]</sup>,从而对废铅膏颗粒的分散效果产生影响。

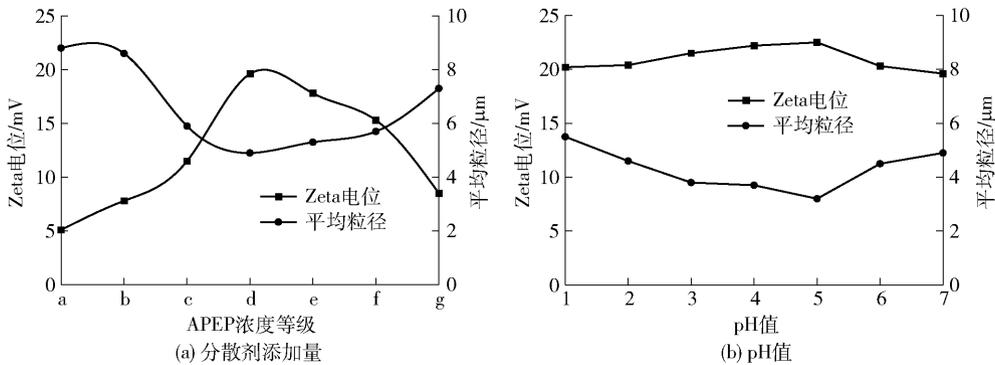


图5 分散条件对废铅膏 Zeta 电位和平均粒径的影响

Fig. 5 Effect of dispersion conditions on Zeta potential and average particle size of waste lead paste

在APEP为0.1 mg/L、pH为5.0的条件下分析乳化分散后的废铅膏颗粒形貌,如图6所示。与原始废铅膏颗粒相比(图4),观察到颗粒的平均粒径变小,且条状的玻璃纤维上几乎不存在黏附铅膏颗粒。这表明废铅膏中的颗粒团聚效应明显减弱,铅膏颗粒与玻璃纤维等杂质的黏附效应被消减,通过乳化分散实现了废铅膏颗粒目标个体的自由化。

### 2.3 塑料分离

控制双旋流强制分散装置的进口流速为2 m/s,气含率为10%,在不同APEP浓度和pH值的条件下,废铅膏中塑料碎片的去除率和塑料中铅膏的夹带率如图7所示。由图可知,添加APEP和调节pH值对塑料的去除率和塑料中铅膏的夹带率影响显著,且

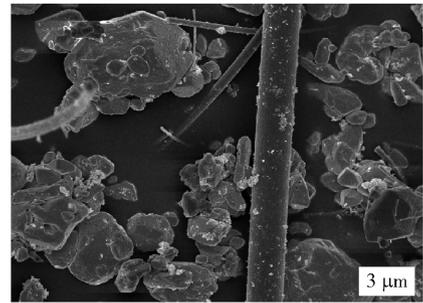


图6 乳化分散后铅膏的SEM图

Fig. 6 SEM images of emulsified and dispersed lead paste

塑料的去除率与Zeta电位的变化呈正相关,塑料中铅膏的夹带率则相反。当APEP浓度为0.1 mg/L,

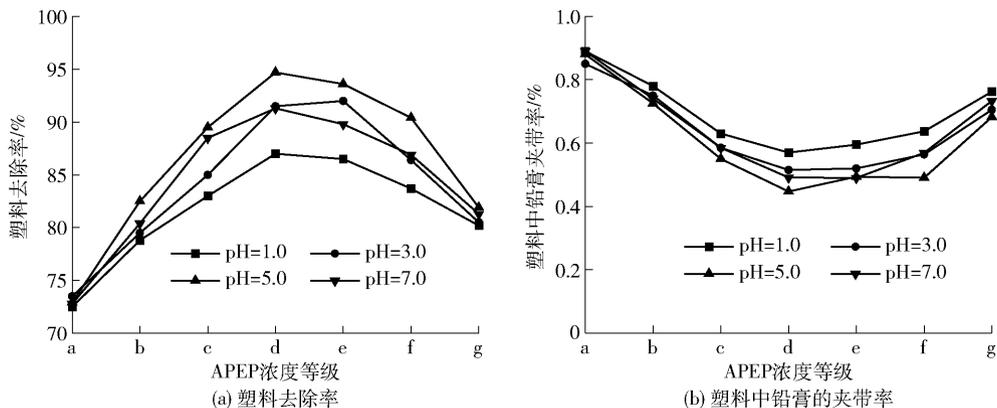


图7 APEP浓度及pH值对废铅膏中塑料分离效率的影响

Fig. 7 Effect of APEP concentration and pH value on separation efficiency of plastics in waste lead paste

pH = 5.0 时,塑料去除率达到最高值,为 94.71%,相对于对照组 72.48% 的塑料去除率提升了 29.95%;此时塑料中铅膏的夹带率达到最低值,为 0.45%,相对于对照组 0.89% 的塑料中铅膏的夹带率降低了 49.44%。故当 pH = 5.0、APEP 浓度为 0.1 mg/L 时,塑料分离效果最好。

为了进一步提高塑料碎片的分离效果,在 APEP 为 0.1 mg/L、pH 值为 5.0 和进口流速为 8 m/s 的条件下,本文研究了双旋流强制分散装置中混合物(废铅膏浆液 + 压缩空气)气含率对塑料分离效率的影响,结果如图 8 所示。当混合物气含率为 15% 时,废铅膏中塑料碎片的去除率达到最大值 99.75%;当混合物气含率为 20% 时,塑料碎片的铅膏夹带率降至最低的 0.08%。这是因为在一定的进口流速下,随着混合物气含率在一定程度内的增加,废铅膏颗粒在双旋流强制分散装置内的湍动增强,颗粒间的碰撞和摩擦概率增大,旋流离心力增加,从而使得塑料碎片的去除效果得到改善。综合塑料去除率和塑料中铅膏的夹带率来看,混合物气含率为 15% 时塑料分离效果最好。

### 2.4 铅栅/粉分离

控制混动力精细筛分装置的压缩空气量为 1.5 m<sup>3</sup>/h,回转频率为 30 次/min,在不同 APEP 浓度和 pH 值条件下,废铅膏中铅栅/粉的去除率和铅栅/粉中铅膏的夹带率如图 9 所示。由图可知,APEP 浓度和 pH 值对铅栅/粉的去除率影响不大,但对铅栅/粉中铅膏的夹带率影响显著。当 APEP 浓度为 0.1 mg/L、pH = 5.0 时,铅栅/粉去除率处于最低值,为 80.70%,相对于对照组 87.80% 的铅栅/

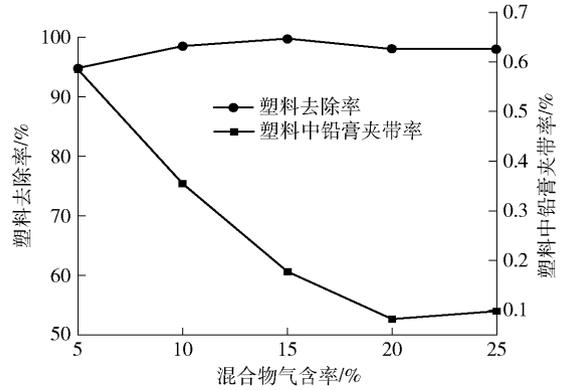


图 8 混合物气含率对废铅膏中塑料分离效率的影响

Fig. 8 Effect of gas holdup of mixture on separation efficiency of plastics in waste lead paste

粉去除率降低了 8.09%。这可能是因为该条件下 Zeta 电位达到最高值,此时废铅膏的分散效果较好,铅栅/粉被分散成较小的细颗粒,在筛分的过程中进入到筛下的铅膏中,导致去除率有所降低。当 APEP 浓度为 0.1 mg/L、pH = 5.0 时,铅栅/粉中铅膏的夹带率达到最低值,为 0.06%,相对于对照组 1.23% 的铅栅/粉中铅膏的夹带率降低了 95.12%。故当 pH = 5.0、APEP 浓度为 0.1 mg/L 时,铅栅/粉的分离效果最好。

在 APEP 为 0.1 mg/L、pH 值为 5.0 和压缩空气量为 2.5 m<sup>3</sup>/s 的条件下,进一步研究混动力精细筛分装置的回转频率对铅栅/粉分离效率的影响,结果如图 10 所示。研究表明,回转频率对废铅膏中铅栅/粉去除率和铅膏夹带率具有一定的影响。回转频率为 20 次/min 时,铅栅/粉去除率最高,为 86.50%;回转频率为 60 次/min 时,铅栅/粉中铅膏

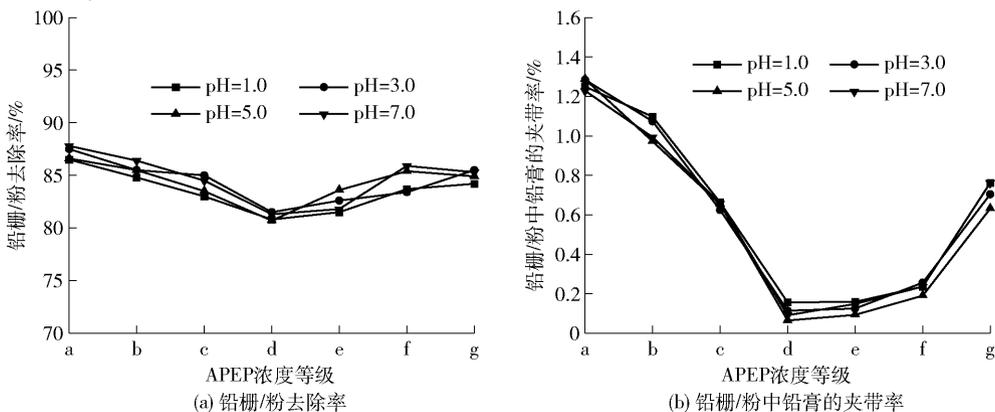


图 9 APEP 浓度及 pH 值对铅栅/粉分离效率的影响

Fig. 9 Effect of APEP concentration and pH value on lead grid/powder separation efficiency

的夹带率最低,为 0.05%。在一定的压缩空气量下,由于回转频率增大,会导致装置产生的由气力-水力-机械力组合的混动力较大。铅栅/粉由于相对密度较大(约  $11.3 \text{ g/cm}^3$ ),可能试验提供的气力和水力对其沉降速率的影响不明显,铅栅/粉仍紧贴筛面,而且回转频率的增加则更有利于提高其与筛孔的接触概率,从而导致了更多铅栅/粉混入筛下铅膏中,使得铅栅/粉的去除率降低。

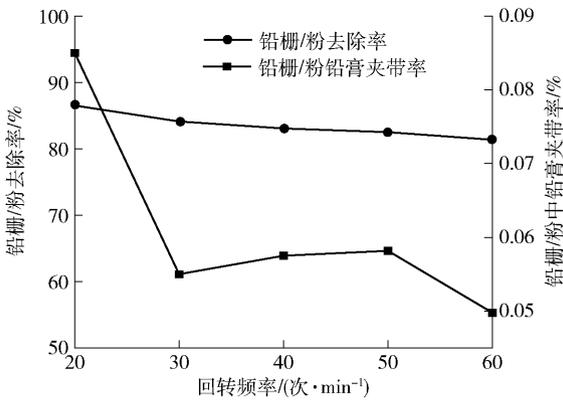


图 10 回转频率对废铅膏中铅栅/粉分离效率的影响

Fig. 10 Effect of rotary frequency on separation efficiency of lead grid/powder in waste lead paste

## 2.5 纤维分离

控制混动力精细筛分装置的压缩空气量为  $1.5 \text{ m}^3/\text{h}$ ,回转频率为 30 次/min,在不同 APEP 浓度和 pH 值条件下,废铅膏中纤维去除率和纤维中铅膏的夹带率如图 11 所示。由图可知,添加 APEP 和调节 pH 值对纤维去除率和纤维中铅膏的夹带率影响显著,纤维去除率与 Zeta 电位的变化呈正相

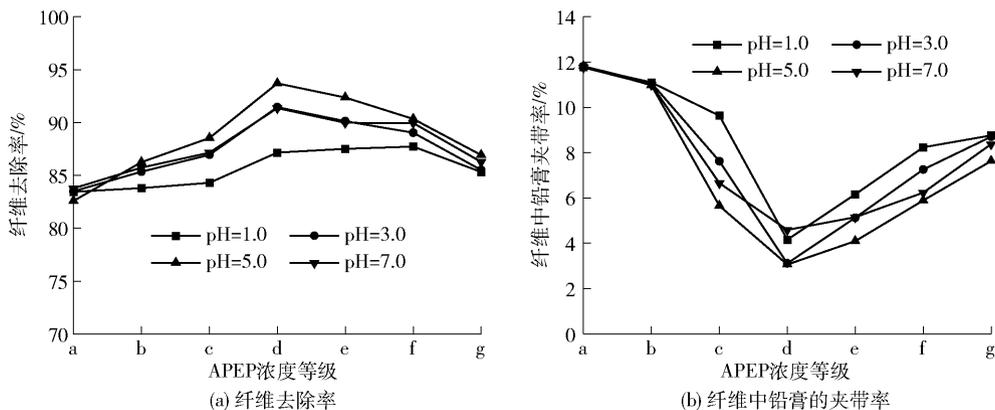


图 11 APEP 浓度及 pH 值对纤维分离效率的影响

Fig. 11 Effect of APEP concentration and pH value on fiber separation efficiency

关,纤维中铅膏的夹带率则反之。当 APEP 浓度为  $0.1 \text{ mg/L}$ 、 $\text{pH} = 5.0$  时,纤维去除率达到最高值,为 93.72%,相对于对照组 83.45% 的纤维去除率提升了 12.31%。纤维中铅膏的夹带率与纤维的去除率变化趋势相反。当 APEP 浓度为  $0.1 \text{ mg/L}$ 、 $\text{pH} = 5.0$  时,纤维中铅膏的夹带率达到最低值,为 3.06%,相对于对照组 11.82% 的纤维中铅膏的夹带率降低了 74.11%。故当  $\text{pH} = 5.0$ 、APEP 浓度为  $0.1 \text{ mg/L}$  时,纤维分离效果最好。

在 APEP 为  $0.1 \text{ mg/L}$ 、pH 值为 5.0 和压缩空气量为  $2.5 \text{ m}^3/\text{s}$  的条件下,进一步研究混动力精细筛分装置的回转频率对纤维分离效率的影响,结果如图 12 所示。纤维去除率随着回转频率的增加先升高后降低,在回转频率为 50 次/min 时达到最高值 99.65%;纤维中铅膏夹带率随着回转频率的增加逐渐降低,在 60 次/min 时达到最低值 0.15%。综合纤维去除率和纤维中铅膏的夹带率来看,回转频率为 50 次/min 时纤维的分离效果最好。

## 2.6 铅膏处理后的成分和形貌

废铅膏在经过乳化分散-精细筛分处理后成分如表 2 所示,形貌如图 13 所示。由表 2 可知,处理后的铅膏杂质含量显著降低,此时铅栅/粉、玻璃纤维和塑料碎片共占比 0.78%,与处理前占比 10.5% 相比,杂质去除效果显著。由图 13 可知,处理后的铅膏中几乎看不到物理性杂质的存在,且颗粒均匀、分散,较处理前的铅膏尺寸明显减小,更能适应于铅膏湿法转化。通过处理前、后铅膏的形貌对比,表明 APEP 乳化分散-精细筛分处理废铅膏对铅膏中物理性杂质的分离效果显著。

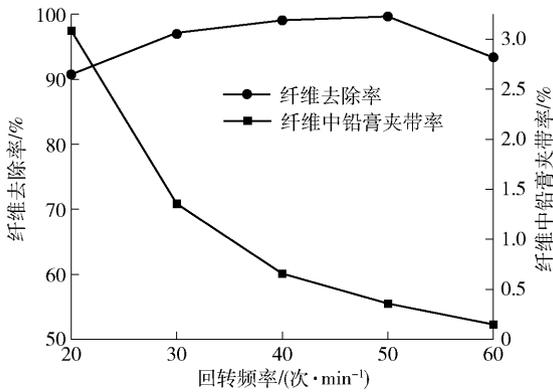


图 12 回转频率对废铅膏中纤维分离效率的影响

Fig. 12 Effect of rotation frequency on fiber separation efficiency in waste lead paste

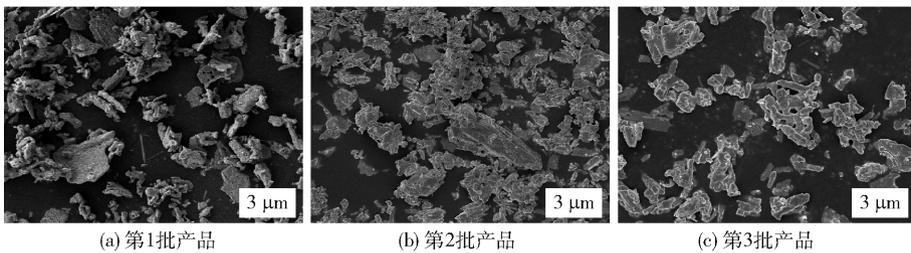


图 13 乳化分散-精细筛分处理后铅膏的 SEM 图

Fig. 13 SEM images of lead paste after emulsification dispersion-fine screening treatment

### 3 结论

APEP 能够有效地减弱废铅膏组分间的相互黏附作用和团聚效应,在双旋流强制分散装置和混动力精细筛分装置作用下,实现了废铅膏中的铅栅/粉、塑料碎片和纤维等物理性杂质的自由化和高效分离。通过研究 APEP 添加量、浆液 pH 值和装置参数对废铅膏物理性杂质分离的影响,得到以下结论。

1) 在 APEP 为 0.1 mg/L、pH 值为 5.0 的条件下,APEP 的乳化分散效果最佳,废铅膏的 Zeta 电位达到最大的 22.5 mV,较初始值增加了约 4.41 倍,平均粒径仅为 3.2 μm,较初始值降低了 63.64%。

2) 在兼顾药剂成本、运行电耗、目标分离物高去除率及低铅膏夹带率的前提下,选择 APEP 用量 0.1 mg/L、pH 值 5.0、混合物进口流速 8 m/s、气含率 15%、回旋频率 50 次/min 和压缩空气量 2.5 m<sup>3</sup>/h 作为乳化分散和精细分离的优化条件,此时塑料、铅栅/粉和纤维的去除率分别为 99.75%、82.54% 和 99.65%,各分离物对铅膏的夹带率也仅为 0.17%、0.06% 和 0.36%,大幅提高了行业废铅酸

表 2 乳化分散-精细筛分处理后铅膏的主要成分

Table 2 Main components of lead paste after emulsification dispersion-fine screening treatment

| 成分                | 含量       |
|-------------------|----------|
| PbSO <sub>4</sub> | 60.418 8 |
| PbO <sub>2</sub>  | 35.807 8 |
| PbO               | 1.552 0  |
| 铅栅/粉              | 0.755 1  |
| 玻璃纤维              | 0.022 1  |
| 塑料碎片              | 0.002 5  |
| 其他杂质              | 1.441 6  |

蓄电池破碎混料的分选水平,为行业废铅膏清洁资源化升级提供了必要基础。

#### [参考文献]

- [1] 李卫锋,蒋丽华,湛晶,等. 废铅酸蓄电池铅再生技术现状及进展[J]. 中国有色冶金,2011,40(6):53-56,66.  
LI Weifeng, JIANG Lihua, ZHAN Jing, et al. Status and progress of recycling technology of waste lead-acid battery[J]. China Non-ferrous Metallurgy, 2011, 40(6):53-56,66.
- [2] LI M, YANG J, LIANG S, et al. Review on clean recovery of discarded/spent lead-acid battery and trends of recycled products [J]. Journal of Power Sources, 2019, 436: 226853.
- [3] 高倩. 废铅酸蓄电池中铅膏脱硫转化过程的研究[D]. 广州: 华南师范大学,2014.  
GAO Qian. Study on a novel paste desulfurization process of the recycling of used lead acid batteries[D]. Guangzhou: South China Normal University,2014.
- [4] 廖斯达,贾志军,马洪运,等. 电化学应用(I)——铅酸蓄电池的发展及其应用[J]. 储能科学与技术,2013,2(5):514-521.  
LIAO Sida, JIA Zhijun, MA Hongyun, et al. The applications of electrochemistry (I): the development and applications of lead-acid batteries[J]. Energy Storage Science and Technology, 2013, 2(5):514-521.
- [5] 朱新锋,刘万超,杨海玉,等. 以废铅酸电池铅膏制备超细氧化铅粉末[J]. 中国有色金属学报,2010,20(1):132-136. DOI:

- 10.19476/j.ysxb.1004.0609.2010.01.021.
- ZHU Xinfeng, LIU Wanchao, YANG Haiyu, et al. Preparation of ultrafine PbO powders from lead paste in spent lead acid battery [J]. The Chinese Journal of Nonferrous Metals, 2010, 20(1): 132-136. DOI:10.19476/j.ysxb.1004.0609.2010.01.021.
- [6] 陈彪,张俊丰,黄妍,等.废铅蓄电池资源循环技术与污染物及CO<sub>2</sub>源头减排[J].湘潭大学学报(自然科学版),2021,43(3):1-7. DOI:10.13715/j.cnki.nsjxu.2021.03.003.
- CHEN Biao, ZHANG Junfeng, HUANG Yan, et al. Resource recycling technology for waste lead-acid batteries followed pollutants and CO<sub>2</sub> reducing at source [J]. Journal of Xiangtan University (Natural Science Edition), 2021, 43(3): 1-7. DOI:10.13715/j.cnki.nsjxu.2021.03.003.
- [7] SUN Z, CAO H B, ZHANG X H, et al. Spent lead-acid battery recycling in China: a review and sustainable analyses on mass flow of lead [J]. Waste Management, 2017, 64: 190-201.
- [8] 杨家宽,何东升,刘建文,等.一种废铅酸蓄电池铅膏的预处理方法:ZL201310004706.0 [P]. 2013-01-07.
- YANG Jiakuan, HE Dongsheng, LIU Jianwen, et al. A pretreatment method for lead paste of waste lead-acid batteries ZL201310004706.0 [P]. 2013-01-07.
- [9] 胡彪,高涛,王海北,等.废DZM铅蓄电池铅膏隔膜纤维分离实验[J].环境工程,2022,40(3):154-158,23.
- HU Biao, GAO Tao, WANG Haipei, et al. Experimental study on separation of lead paste diaphragm fiber from waste DZM lead-acid batteries [J]. Environmental Engineering, 2022, 40(3): 154-158, 23.
- [10] 张俊丰,曹靖,黄妍.一种连续型铅膏筛分方法和装置:CN2018103252271 [P]. 2018-04-12.
- ZHANG Junfeng, CAO Jing, HUANG Yan. A continuous type lead paste sieving method and device: CN2018103252271 [P]. 2018-04-12.
- [11] 张俊丰,曹靖,黄妍.一种铅膏流化分选方法和装置:CN201810680633X [P]. 2018-06-27.
- ZHANG Junfeng, CAO Jing, HUANG Yan. A lead paste fluidization sorting method and device: CN201810680633X [P]. 2018-06-27.
- [12] 曹靖,胡承康,张俊丰,等.一种粗铅膏除杂的方法:CN2018115301565 [P]. 2018-12-14.
- CAO Jing, HU Chengkang, ZHANG Junfeng, et al. A method of removing coarse lead paste: CN2018115301565 [P]. 2018-12-14.
- [13] 刘说,何萍,张京京.不同pH值下表面活性剂对污泥脱水性能影响的研究[J].化学试剂,2021,43:884-888.
- LIU Shuo, HE Ping, ZHANG Jingjing. Effect of surfactants on sludge dewatering performance under different pH values [J]. Chemical Reagents, 2021, 43: 884-888.

## Fine separation of physical impurities from spent lead paste in lead-acid batteries

YANG Cuiting<sup>1</sup>, CHEN Biao<sup>1</sup>, ZHANG Junfeng<sup>1</sup>, CAO Jing<sup>2</sup>, HUANG Yan<sup>1</sup>

(1. College of Environment and Resources, Xiangtan University, Xiangtan 411105, China;

2. College of Chemistry, Xiangtan University, Xiangtan 411105, China)

**Abstract:** There are a lot of physical impurities (plastic, lead grid/powder and fiber) in the lead paste of spent lead battery, which have strong adhesion to the lead paste particles and are difficult to separate, which has an important impact on smelting-free recovery process of lead paste. In this paper, alkyl phenol polyoxyethylene polyoxypropylene ether (APEP) is used as dispersant to disperse the waste lead paste particles, and a double-cyclone forced dispersion device and a hybrid power fine screening device are designed to carry out fine separation of physical impurities. The effects of APEP addition, pH value and device parameters on the separation effect were investigated, and the results showed when the APEP dosage was 0.1 mg/L and pH was 5.0, the emulsification and dispersion effect was better; the Zeta potential of the waste lead paste reached 22.5 mV, and the average particle size was only 3.2 μm; the equipment parameters were further optimized under these conditions, and when the mixture inlet flow rate and gas content rate were 8 m/s and 15%, and the gyration frequency and compressed air volume were 50 times/min and 2.5 m<sup>3</sup>/h, the removal rates of plastic, lead grid/powder and fiber could reach 99.75%, 82.54% and 99.65%, respectively, the entrainment rates to lead paste were also only 0.17%, 0.06% and 0.36%. The paper provides a stable, reliable and efficient method for producing pure lead paste for the regenerated lead industry, and provides favorable conditions for the application of lead-paste smelting free recovery technology.

**Key words:** spent lead-acid battery; waste lead paste; physical impurities; emulsification dispersion; fine separation; smelting-free; APEP; Zeta potential