

粗金除铅提纯的工艺研究

韩秀丽¹, 王晓松², 李红萍³

(1. 郑州工业大学化工学院, 河南 郑州 450002; 2. 河南省有色矿产地质研究所, 河南 郑州 450052; 3. 三门峡市自来水公司, 河南 三门峡 472000)

摘 要: 研究了粗金中除去铅及提纯的新工艺. 利用 HCl - H₂O₂ (体积比 5:1) 混合试剂溶样, 加硫酸钾使铅转化为 PbSO₄ 而除去, 用无水亚硫酸钠将金还原, 再用稀硝酸二次除铅. 实验结果表明, 较适宜的溶样条件为温度 50 ℃, 溶样时间为 3 h, 混合溶剂与金的液固比为 6:1 (体积比), 提纯后的金纯度达到 99.9% 以上, 残留铅低于 0.002%. 该方法是一种快速、低污染的提纯方法.

关键词: 金; 提纯; 混合溶剂

中图分类号: TF 831 文献标识码: A

铅是金中最有害的杂质, 其含量达到 0.01% 就会使金变脆, 从而无延展性. 而金的提纯通常采用湿法或电解法^[1~3]. 湿法提纯时, 铅含量通常也很难达到低于 0.01% 的要求, 这主要是由于粗金用王水溶解后, 铅以 PbCl₂ 形式存在, 一部分铅以 Pb²⁺ 形式存在于滤液中, 在金的还原过程中, 由于使用了亚硫酸盐而形成硫酸根与 Pb²⁺ 作用, 生成难溶于水的 PbSO₄, 污染了还原出来的海绵金. 在石墨坩埚中熔化铸锭时, 分解为 PbO, 再被石墨坩埚还原为铅进入金中. 若采用电解法, 作为阳极的粗金含有较高的铅时, 铅会形成难熔、致密的氧化铅硬壳, 牢固地吸附在阳极上, 阻碍阳极金的进一步电化学溶解, 即所谓的阳极钝化现象, 使金电解速度变慢, 甚至无法顺利进行. 为此, 我们提出了用 HCl - H₂O₂ 混合试剂溶样提纯金的新工艺. 与传统工艺相比, 新工艺提纯周期短、能耗低, 不污染环境, 具有明显的经济效益和社会效益.

1 实验主要原料及设备

1.1 实验试剂及仪器设备

试剂为: 盐酸、双氧水、硫酸、无水亚硫酸钠 (均为分析纯) 去离子水.

主要仪器设备为: 5000 ml 三口烧瓶、电动搅拌机、电炉、真空抽滤设备、马弗炉、原子吸收分光光度计.

1.2 粗金成分

用于提纯的粗金成分见表 1.

表 1 粗金成分分析

编号	Au 质量 分数/%	Pb 质量 分数/%	其他元素(光谱 定性为)
1 #	93.51	5.38	Ag, Sb, Bi, Sn, Cu
2 #	93.89	4.21	Ag, Cu, Sb

2 粗金中除铅的工艺流程图

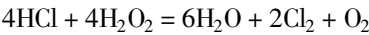
粗金除铅的工艺流程见图 1.

3 结果与讨论

3.1 溶剂的选择

用王水溶金时, 由于 NO₃⁻ 离子具有氧化性, 影响金的还原 (除不尽 NO₃⁻ 离子, 加入还原剂 Na₂SO₃ 后, 金先沉淀出来; 摇动溶液, 金又溶解了), 因而必须反复加盐酸蒸发以除尽 NO₃⁻, 要花大量的时间及人力、物力, 使生产周期延长, 能耗增加. 同时, 在蒸发除去 NO₃⁻ 的过程中, 溶液还容易溅出, 导致金的损失; 溶样及除去 NO₃⁻ 的过程中产生 NO, NO₂ 进入空气中严重污染了环境.

通过实验, 找出了一种新的混合试剂溶样, 即 HCl - H₂O₂ 混合试剂. 利用在强酸性介质中盐酸与过氧化氢反应后产出的氯与氧溶金, 反应式为:



用加热方法可使过量的过氧化氢分解 (2H₂O₂ = 2H₂O + O₂ ↑), 不给反应溶液及大气带来可能作为不利杂质的产物. 总之, 除去过量的过氧化氢

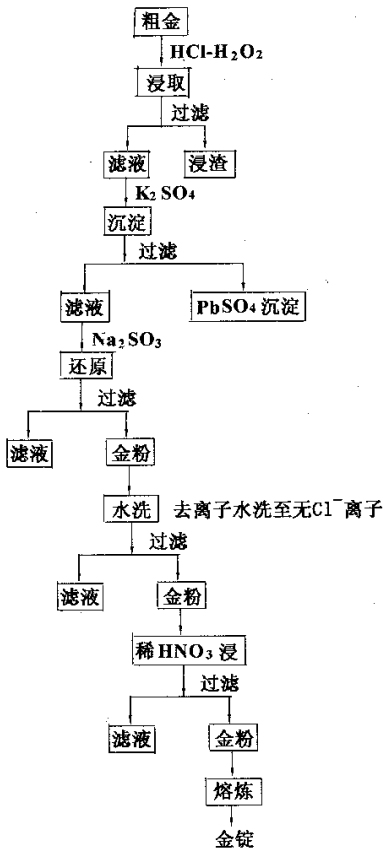


图 1 粗金除铅工艺流程图

比除去 NO₃⁻ 要容易得多,影响的主要因素为 HCl 与 H₂O₂ 的体积比、温度及液固比。

表 2 HCl 与 H₂O₂ 体积比的影响

HCl:H ₂ O ₂	4:1	5:1	6:1	7:1
溶样时间/h	3	3	3	3
回收率/%	99.5	99.5	99.0	93.0

表 3 温度的影响

温度/℃	常温	40	50	60
回收率/%	—	99.5	99.5	99.5
溶样时间/h	不反应	4	3	3

表 4 金的回收实验及残留铅的测定

编号	粗金重/g	金含量/%	理论值/g	实际值/g	回收率/%	纯金品位/% (光谱分析)	残留铅/% (石墨炉原子吸收)
1 #	3120.6	93.51	2918.07	2889.3	99.0	99.95	0.002
2 #	3181.3	93.89	2986.92	2951.1	98.8	99.96	0.001

3.6 经济效益分析

用王水溶样提纯 1 kg 金需要 5 天,而用 HCl - H₂O₂ 溶样后提纯仅需 2 天,大大缩短了提纯周期.与其他提纯方法相比,是一种快速提纯方法,而且金的纯度及回收率均优于其他方法.由于提纯周期缩短,动力能耗、原材料消耗降低,提纯成本降低了一半以上.

万方数据

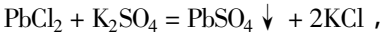
选择 HCl 与 H₂O₂ 的体积比为 5:1,溶样温度为 50 ℃,溶样时间 3 h,混合溶剂与金的液固比为 6:1,即溶 1 kg 金需要 2250 ml 混合溶剂.

此外,过量的盐酸与铅形成配离子会加快溶解速度,反应式如下:



3.2 金与铅的分离

PbCl₂ 溶度积为 2.4 × 10⁻⁴, PbSO₄ 溶度积为 2.2 × 10⁻⁸,即 PbSO₄ 溶解度比 PbCl₂ 小,溶样后先冷却、过滤,再向滤液中加入 K₂SO₄, PbCl₂ 向 PbSO₄ 转化.反应式为:



PbSO₄ 的溶解度仍然较大,但沉淀时加入 K₂SO₄,形成硫酸铅钾复盐 K₂SO₄ · PbSO₄,则溶解度大大降低,有利于铅的除去.

3.3 还原剂的选择

能还原金的还原剂有二氧化硫、亚铁盐、草酸、氢醌等.通过实验,选用无水亚硫酸钠,因为:①亚硫酸钠作还原剂选择性高,贱金属(铜、铁、锌)银及铂族金属的氯化物都不能被还原出来;②还原速度快,还原效率高达 100%;③来源广泛、价格低.

3.4 稀硝酸的除铅作用

还原后的金粉用去离子水洗至无氯离子后,加入稀硝酸(体积比为 1:2)浸煮 30 min,使微量硫酸铅溶解于热而稀的硝酸中,冷却后,用去离子水将金粉洗至中性,烘干铸锭.

3.5 金的回收实验结果及残留铅的测定

粗金的回收试验结果见表 4.可以看出,运用该工艺提纯金,残留铅低于 0.002%,满足了金加工中对残留铅的要求,同时金的回收率大于 98.8%,提纯后金的纯度大于 99.95%.

4 结束语

综上所述,该工艺提纯金,杂质铅除去率高,金的回收率高,金的纯度可达 99.9% 以上.该工艺环境污染小,反应时间短,原材料成本低,是一套切实可行的提纯方法,值得进一步推广.

(下转 107 页)

参考文献：

- [1] 黄礼煌.金银提取技术[M].北京 :冶金工业出版社 , 1997.362 – 369 .
- [2] 黎鼎鑫.贵金属提取与精炼[M].长沙 :中南工业大学出版社 ,1991.451 – 448 .
- [3] 张玉明.浅谈金的提纯理论与实践[J].黄金 ,1994 , 15(7) :43 .

Researches of Technology on Refining Crude Aurum and Eliminating the Lead

HAN Xiu – li¹ , WANG Xiao – song² , LI Hong – ping³

(1. College of Chemical Engineering ,Zhengzhou University of Technology ,Zhengzhou 450002 ,China ; 2. Henan Non – ferrous Mineral and Geological Research Institute ,Zhengzhou 450052 ,China ; 3. Sanmenxia Running Water Company ,Sanmenxia 472000 ,China)

Abstract :A new kind of technology that involves in refining crude aurum and eliminating the lead from it has been researched in this paper. Firstly , K_2SO_4 can be put into the mixed sample solution of reagent $HCl - H_2O_2$ (5 : 1) which will transform the lead into $PbSO_4$. Secondly ,the aurum can be reduced with an hydrous sodium sulfite. Finally ,lead elimination process can be conducted once more by using the diluted nitric acid. The results of the experiment show that the optimum conditions (the temperature is 50 °C ,lasted time is 3 hours ,the volume ratio of mixed solution and aurum is 6 : 1) are determined ,after the purification ,the gold purity can be raised to an extent of 99.9 % ,and the lead remnants survive merely 0.002 % . It is a fast and less pollution measure for gold refining .

Key words :aurum ; refining ; mixed solution