



(12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 112695208 A

(43) 申请公布日 2021. 04. 23

(21) 申请号 202110028844.7

(22) 申请日 2021.01.11

(71) 申请人 大冶有色金属有限责任公司
地址 435005 湖北省黄石市下陆大道18号
技术创新部

(72) 发明人 房孟钊 李伟 黄向祥 赵浩然
余珊 王亚东 罗杰

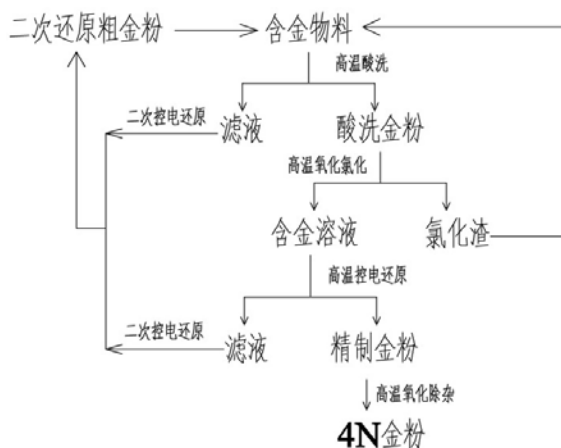
(74) 专利代理机构 黄石市三益专利商标事务所
42109
代理人 林晓珍

(51) Int. Cl.
G22B 11/06 (2006.01)
G22B 3/10 (2006.01)
G22B 3/22 (2006.01)
G22B 3/44 (2006.01)

权利要求书1页 说明书4页 附图1页

(54) 发明名称
一种从含金物料中除银的方法

(57) 摘要
本发明公开了一种从含金物料中除银的方法,它是将含金物料通过高温酸洗、高温氧化氯化低温过滤、高温控电还原、高温氧化除杂等步骤,最终制得品位≥99.99%的金粉;本发明方法操作简便,成本低,工艺流程简单,对设备的要求低,整个工艺过程中金的回收率高,避免了传统氯化控电还原工艺生产的金粉与杂质银分离不彻底、多次氯化、系统占用高,克服了生产成本低、作业强度大问题,采用本发明方法可以制得纯度高于99.99%的金粉,适合广泛推广使用。



1. 一种从含金物料中除银的方法,其特征在于包括以下步骤:

(1) 高温酸洗:向含金物料中加入质量分数 $\geq 32\%$ 的浓盐酸进行酸洗,所述浓盐酸的体积为物料体积的2-3倍,控制溶液的 $\text{pH} \leq 0.5$,将溶液升温至 $\geq 95\text{ }^\circ\text{C}$,恒温搅拌2 h,停止加热后再继续搅拌2 h后过滤,得到的滤渣为含金质量分数 $\geq 90\%$ 的酸洗金粉,滤液留用;

(2) 高温氧化氯化:向酸洗金粉中加入酸洗金粉重量0.6-0.8倍的氯酸钠,搅拌均匀后将其投放至反应器内,均匀缓慢地加入质量分数 $\geq 32\%$ 的浓盐酸至金粉完全溶解,升温至 $100\text{ }^\circ\text{C}$ 浓缩1 h,浓缩过程中加入质量分数为 32% 盐酸20 L,停止加热后加入质量分数 $\geq 98\%$ 的浓硫酸,继续搅拌1 h得氯化液,将氯化液冷却,降温至 $\leq 20\text{ }^\circ\text{C}$ 后经过精密过滤器过滤后,得到含金溶液和氯化渣,将得到的氯化渣返回至步骤(1)的含金物料中;

(3) 高温控电还原:将含金溶液加热至 $\geq 35\text{ }^\circ\text{C}$,边搅拌边向含金溶液中分多次缓慢均匀地加入亚硫酸钠,控制电位终点到620-640 mV,停止搅拌后静置0.5-2 h,恒温过滤得到滤渣为精制金粉,滤液留用;

(4) 高温二次控电还原:将步骤(1)的滤液与步骤(3)的滤液混合,将混合液加热到 $\geq 50\text{ }^\circ\text{C}$ 后,边搅拌边向滤液中分多次缓慢、匀速地加入亚硫酸钠,控制电位终点到 $\leq 400\text{ mV}$,恒温搅拌6-12 h后,恒温过滤,滤渣为二次还原粗金粉,返回到步骤(1)中的含金物料中,滤液弃去;

(5) 高温氧化除杂:向步骤(3)的精制金粉中加入48-72 L盐酸,再向溶液中缓慢加入含0.5 kg的氯酸钠溶液,溶解后将溶液的温度升高至 $\geq 70\text{ }^\circ\text{C}$,恒温搅拌2 h后进行过滤,将得到的金粉用纯水洗涤后即可得到4N金粉。

2. 根据权利要求1所述的一种从含金物料中除银的方法,其特征在于:所述含金物料中金的质量分数 $\geq 30\%$ 。

3. 根据权利要求1所述的一种从含金物料中除银的方法,其特征在于:所述浓盐酸、氯酸钠、浓硫酸、亚硫酸钠为优级纯或分析纯。

一种从含金物料中除银的方法

技术领域

[0001] 本发明涉及冶金技术领域,具体是一种从含金物料中除银的方法。

背景技术

[0002] 目前,我公司金精炼原料是含金溶液通过亚硫酸钠沉淀获得,其中含有大量铋锑砷的水解和还原产物,以及阳极泥分金氯化过滤过程中的跑混物料,导致含金物料成分十分复杂。仅采用氯化后控电还原工艺生产,一般第一次形成的金粉产品很难达标,杂质超标2-5倍,需要重复氯化控电还原工艺1-2次才能够达标,造成了成本浪费、损失增加,黄金积压严重。传统氯化控电还原工艺生产的金粉,银超标问题较严重。主要原因是在盐酸体系下,由于氯离子浓度、过滤温度过高,导致氯化银溶解度上升,在过滤后的氯化后液中仍然有20-30 mg/L的含银量,在控电还原过程中由于温度和电位原因,氯化银溶解度下降,银析出进入金粉中。同时氯化液含有较高浓度的银,导致还原产出金粉夹带的溶液中银量增加,也增加了金粉洗涤的控制难度。因此,建立一种低成本、短流程、简便易行、工艺稳定、金系统占用低、直收率高、有效去除金粉中银超标的金精炼工艺方法是本技术领域亟待解决的技术问题。

发明内容

[0003] 本发明的目的就是针对传统氯化控电还原工艺生产得到的金粉,其中存在银的含量超标的问题,提供一种低成本、短流程、简便易行、工艺稳定、金系统占用低、直收率高、有效去除金粉中银超标的金精炼工艺方法。

[0004] 为实现上述目的,本发明是通过以下技术方案来实现的:

本发明的一种从含金物料中除银的方法,包括以下步骤:

(1) 高温酸洗:向含金物料中加入质量分数 $\geq 32\%$ 的浓盐酸进行酸洗,所述浓盐酸的体积为物料体积的2-3倍,控制溶液的 $\text{pH} \leq 0.5$,将溶液升温至 $\geq 95\text{ }^\circ\text{C}$,恒温搅拌2 h,停止加热后再继续搅拌2 h后过滤,得到的滤渣为含金质量分数 $\geq 90\%$ 的酸洗金粉,滤液留用;

(2) 高温氧化氯化:向酸洗金粉中加入酸洗金粉重量0.6-0.8倍的氯酸钠,搅拌均匀后将其投放至反应器内,均匀缓慢地加入质量分数 $\geq 32\%$ 的浓盐酸至金粉完全溶解,升温至 $100\text{ }^\circ\text{C}$ 浓缩1 h,浓缩过程中加入质量分数为 32% 盐酸20 L,停止加热后加入质量分数 $\geq 98\%$ 的浓硫酸,继续搅拌1 h得氯化液,将氯化液冷却,降温至 $\leq 20\text{ }^\circ\text{C}$ 后经过精密过滤器过滤后,得到含金溶液和氯化渣,将得到的氯化渣返回至步骤(1)的含金物料中;

(3) 高温控电还原:将含金溶液加热至 $\geq 35\text{ }^\circ\text{C}$,边搅拌边向含金溶液中分多次缓慢均匀地加入亚硫酸钠,控制电位终点到620-640 mV,停止搅拌后静置0.5-2 h,恒温过滤得到滤渣为精制金粉,滤液留用;

(4) 高温二次还原:将步骤(1)的滤液与步骤(3)的滤液混合,将混合液加热到 $\geq 50\text{ }^\circ\text{C}$ 后,边搅拌边向滤液中分多次缓慢、匀速地加入亚硫酸钠,控制电位终点到 $\leq 400\text{ mV}$,恒

温搅拌6-12 h后,恒温过滤,滤渣为二次还原粗金粉,返回到步骤(1)中的含金物料中,滤液弃去;

(5)高温氧化除杂:向步骤(3)的精制金粉中加入48-72 L盐酸,再向溶液中缓慢加入含0.5 kg的氯酸钠溶液,溶解后将溶液的温度升高至 $\geq 70\text{ }^{\circ}\text{C}$,恒温搅拌2 h后进行过滤,将得到的金粉用纯水洗涤后即可得到4N金粉。

[0005] 优选地,本发明中所述含金物料中金的质量分数 $\geq 30\%$,本发明中的含金物料一部分是从铂钯精矿中分离出来的,另一部分是粗金粉。

[0006] 优选地,本发明中所述浓盐酸、氯酸钠、浓硫酸、亚硫酸钠为优级纯或分析纯。也可根据实际生产需要换成纯度较低的原料,但是总的原则以不引入新的杂质离子为准。

[0007] 本发明使用含金物料为原料,采用高温酸洗 \rightarrow 高温氧化氯化低温过滤 \rightarrow 高温控电位还原 \rightarrow 高温控电位二次还原 \rightarrow 高温氧化除杂的4N金精炼工艺方法,制得品位 $\geq 99.99\%$ 的金粉。本发明相对于现有技术,具有以下几个优点:

(1)本发明对含金物料预先高温酸洗除杂,得到纯度 $\geq 90\%$ 的粗金粉,避免了含金物料杂质过高、含金不稳定、后续工序除杂困难的问题,同时酸洗液经过高温控电位二次还原后又可回收其中损失的金量,返回到含金物料中,保证了金稳定的回收率。

[0008] (2)本发明采用高温氧化氯化低温过滤的方法,在高温氧化氯化过程中保证粗金粉氧化氯化彻底;再将氯化液降温至 $\leq 20\text{ }^{\circ}\text{C}$,低温过滤过程中,保证氯化银在氯化液中溶解度足够低(一般此时氯化液含银 $< 10\text{ mg/L}$),银基本不进入氯化后的金溶液,避免了金溶液中银含量过高的问题。

[0009] (3)本发明对含金溶液采用高温控电位还原的方法,且在控电还原完成后的金粉过滤中,始终保持溶液的温度 $\geq 35\text{ }^{\circ}\text{C}$,保证银尽量在溶液中,不因溶解度下降析出而进入金粉,有效的解决了精制金粉中银超标问题。

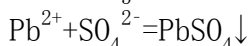
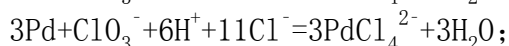
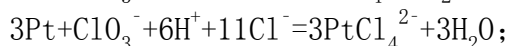
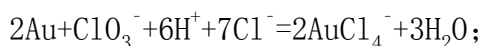
[0010] (4)本发明对一次还原后液采用高温控电位还原的方法,有效的分离杂质银留在溶液中,又回收了损失的金量,返回到含金物料中,保证了金稳定的回收率。

[0011] (5)本发明对精制金粉采用高温氧化除杂的方法,保证了金粉稳定的达到99.99%以上,提高了一次还原金的合格率。

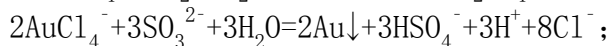
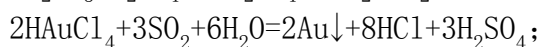
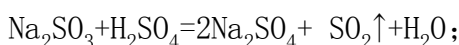
[0012] (6)本发明相对传统氯化控电还原工艺生产的金粉,避免了多次氧化氯化与杂质银超标的问题,对含金物料适用性更强。

[0013] 本发明的含金物料中除银的精炼工艺中,主要发生的化学反应如下:

(1)高温氧化氯化反应如下:



(2)高温控电位还原应如下:



本发明方法操作简便,成本低,工艺流程简单,对设备的要求低,整个工艺过程中

金的回收率高,避免了传统氯化控电还原工艺生产的金粉与杂质银分离不彻底、多次氯化、系统占用高,克服了生产成本低、作业强度大问题,采用本发明方法可以制得纯度高于99.99%的金粉,适合广泛推广使用。

附图说明

[0014] 图1是本发明的工艺流程图。

具体实施方式

[0015] 实施例1

本实施例的一种从含金物料中除银的方法,包括以下步骤:

(1) 高温酸洗:向反应釜中加入300 kg质量分数为35 %的含金物料,加入700 L质量分数为40 %的浓盐酸,将溶液缓慢升温至95 °C以上,恒温搅拌2 h,停止升温后继续搅拌2 h过滤,滤渣为108 kg含金质量分数为93.2 %的酸洗金粉,滤液留用;

(2) 高温氧化氯化:向得到的酸洗金粉中加入70.2 kg的氯酸钠,搅拌均匀并投入至钛反应器内,缓慢加入质量分数为32 %浓盐酸至酸浸金粉完全溶解,升温至100 °C恒温浓缩1 h,浓缩过程中加入质量分数为32 %盐酸20 L,停止升温后加入质量分数为98 %的浓硫酸2.5 L,继续搅拌1 h后得氯化液,开启冷却系统将氯化液冷却,降温至18 °C后过滤,得到含金溶液和氯化渣,含金溶液进入下道工序,氯化渣返回至步骤(1)的含金物料中;

(3) 高温控电还原:将含金溶液加热至 ≥ 35 °C,边搅拌边向含金溶液中分多次缓慢均匀地加入亚硫酸钠,控制电位终点到632 mV,停止搅拌后静置30 min,恒温过滤得到滤渣为精制还原金粉101 kg,滤液留用;

(4) 高温二次还原:将步骤(1)的滤液与步骤(3)的滤液混合并转入二次还原反应釜中,将混合液加热到50 °C后,边搅拌边向滤液中分多次缓慢、匀速地加入亚硫酸钠,控制电位终点到400 mV,恒温搅拌10 h后,恒温过滤,得到的滤渣为质量分数为89.53 %的二次还原粗金粉4.4 kg,返回到步骤(1)中的含金物料中,滤液弃去;

(5) 高温氧化除杂:向步骤(3)的精制金粉中加入48 L分析纯盐酸,再加入20 L纯水,再向溶液中缓慢加入1 L含0.5 kg的氯酸钠溶液,溶解后将溶液的温度升高至70 °C,恒温搅拌2 h,再将氧化除杂后金粉过滤,将得到的金粉用纯水洗涤至中性,即可得到4N金粉。

[0016] 本实施例中所述浓盐酸、氯酸钠、浓硫酸、亚硫酸钠为优级纯或分析纯。也可根据实际生产需要换成纯度较低的原料,但是总的原则以不引入新的杂质离子为准。

[0017] 实施例2

本实施例的一种从含金物料中除银的方法,包括以下步骤:

(1) 高温酸洗:向反应釜中加入288 kg质量分数为46 %的含金物料,加入650 L质量分数为32 %的浓盐酸,将溶液缓慢升温至95 °C以上,恒温搅拌2 h,停止升温后继续搅拌2 h过滤,滤渣为135 kg含金质量分数为94.13 %的酸洗金粉,滤液留用;

(2) 高温氧化氯化:向上述酸洗金粉中加入81 kg的氯酸钠,搅拌均匀并投入至钛反应器内,缓慢加入质量分数为32 %浓盐酸至酸浸金粉完全溶解,升温至100 °C恒温浓缩1 h,浓缩过程中加入质量分数为32 %盐酸20 L,停止升温后加入质量分数为98 %的浓硫酸2.0 L,继续搅拌1 h后得氯化液,开启冷却系统将氯化液冷却,降温至17 °C后过滤,得到含

金溶液和氯化渣,含金溶液进入下道工序,氯化渣返回至步骤(1)的含金物料中;

(3) 高温控电还原:将含金溶液加热至 ≥ 35 °C,边搅拌边向含金溶液中分多次缓慢均匀地加入亚硫酸钠,控制电位终点到635 mV,停止搅拌后静置50 min,恒温过滤得到滤渣为精制还原金粉126 kg,滤液留用;

(4) 高温二次还原:将步骤(1)的滤液与步骤(3)的滤液混合并转入二次还原反应釜中,将混合液加热到60 °C后,边搅拌边向滤液中分多次缓慢、匀速地加入亚硫酸钠,控制电位终点到380 mV,恒温搅拌12 h后,恒温过滤,得到的滤渣为质量分数为88.32 %的二次还原粗金粉6.7 kg,返回到步骤(1)中的含金物料中,滤液弃去;

(5) 高温氧化除杂:向步骤(3)的精制金粉中加入60 L分析纯盐酸,再加入20 L纯水,再向溶液中缓慢加入1 L含0.5 kg的氯酸钠溶液,溶解后将溶液的温度升高至80 °C,恒温搅拌2 h,再将氧化除杂后金粉过滤,将得到的金粉用纯水洗涤至中性,即可得到4N金粉。

[0018] 本实施例中所述浓盐酸、氯酸钠、浓硫酸、亚硫酸钠为优级纯或分析纯。也可根据实际生产需要换成纯度较低的原料,但是总的原则以不引入新的杂质离子为准。

[0019] 实施例3

本实施例的一种从含金物料中除银的方法,包括以下步骤:

(1) 高温酸洗:向反应釜中加入320 kg质量分数为65 %的含金物料,加入750 L质量分数为35 %的浓盐酸,将溶液缓慢升温至95 °C以上,恒温搅拌2 h,停止升温后继续搅拌2 h过滤,滤渣为218 kg含金质量分数为95.33 %的酸洗金粉,滤液留用;

(2) 高温氧化氯化:向上述酸洗金粉中加入174.4 kg的氯酸钠,搅拌均匀并投入至钛反应器内,缓慢加入质量分数为32 %浓盐酸至酸浸金粉完全溶解,升温至100 °C恒温浓缩1 h,浓缩过程中加入质量分数为32 %盐酸20 L,停止升温后加入质量分数为98 %的浓硫酸3.0 L,继续搅拌1 h后得氯化液,开启冷却系统将氯化液冷却,降温至15 °C后过滤,得到含金溶液和氯化渣,含金溶液进入下道工序,氯化渣返回至步骤(1)的含金物料中;

(3) 高温控电还原:将含金溶液加热至 ≥ 35 °C,边搅拌边向含金溶液中分多次缓慢均匀地加入亚硫酸钠,控制电位终点到630 mV,停止搅拌后静置60 min,恒温过滤得到滤渣为精制还原金粉197 kg,滤液留用;

(4) 高温二次还原:将步骤(1)的滤液与步骤(3)的滤液混合并转入二次还原反应釜中,将混合液加热到70 °C后,边搅拌边向滤液中分多次缓慢、匀速地加入亚硫酸钠,控制电位终点到392 mV,恒温搅拌6 h后,恒温过滤,得到的滤渣为质量分数为92.14 %的二次还原粗金粉10.8 kg,返回到步骤(1)中的含金物料中,滤液弃去;

(5) 高温氧化除杂:向步骤(3)的精制金粉中加入72 L分析纯盐酸,再加入20 L纯水,再向溶液中缓慢加入1 L含0.5 kg的氯酸钠溶液,溶解后将溶液的温度升高至90 °C,恒温搅拌2 h,再将氧化除杂后金粉过滤,将得到的金粉用纯水洗涤至中性,即可得到4N金粉。

[0020] 本实施例中所述浓盐酸、氯酸钠、浓硫酸、亚硫酸钠为优级纯或分析纯。也可根据实际生产需要换成纯度较低的原料,但是总的原则以不引入新的杂质离子为准。

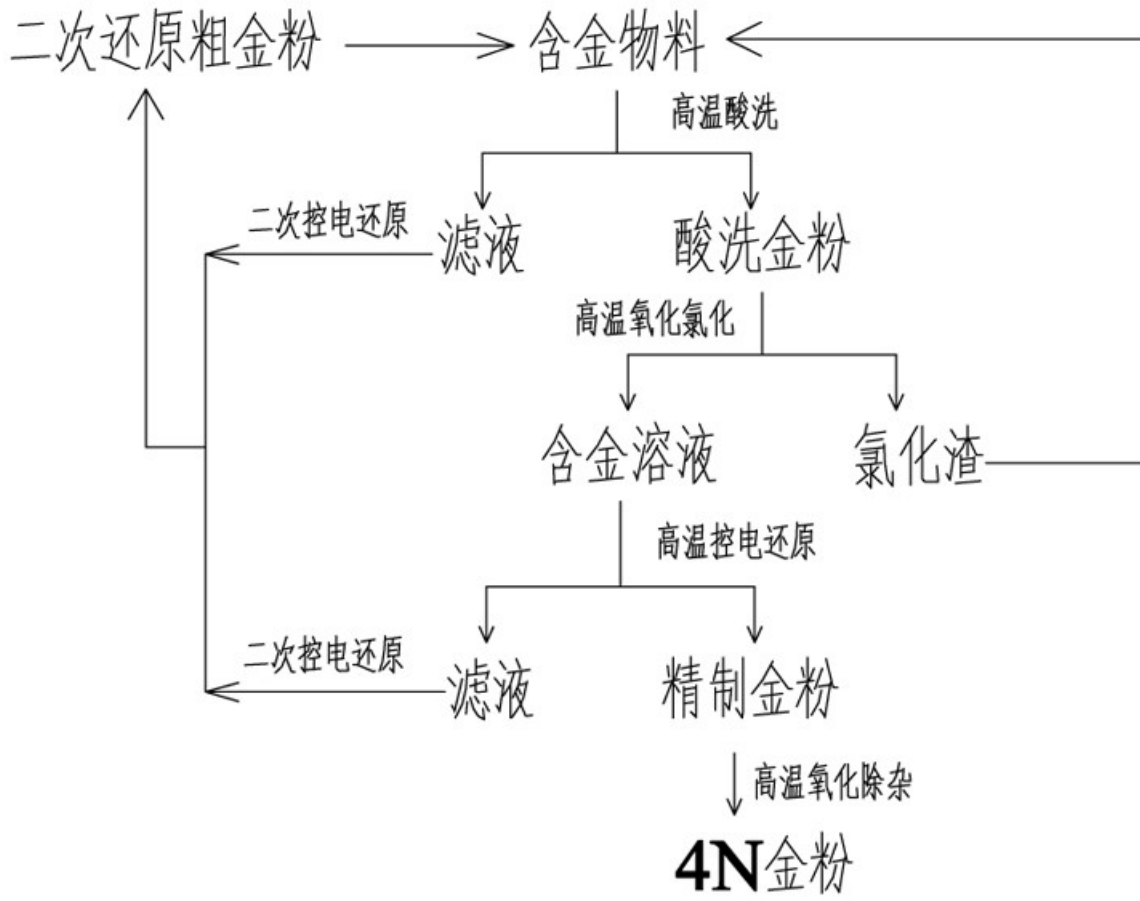


图1