

P507 从酸性硫脲浸金液中回收金

朱萍, 古国榜, 贾宝琼

(华南理工大学应用化学系, 广州 五山 510640)

摘要: 研究了用 P507 的煤油溶液作为萃取剂, 从酸性硫脲(TU)浸金液中回收金的性能. 用浓度为 1.65 mol/L 的 P507 萃取剂在料液 $[H_2SO_4] = 0.335$ mol/L, 相比 O/A=1:1, 两相接触时间 5 min 的条件下萃取金, 得到金的一级萃取率达 99.80%; 用 50 g/L 的 Na_2SO_3 溶液反萃, 一级反萃率达 82.45%, 同时达到金、铁的分选.

关键词: 金; 硫脲; 萃取; P507

中图分类号: TF804.2 **文献标识码:** A **文章编号:** 1009-606X(2002)02-0142-04

1 前言

近年来在非氰药剂研究中, 硫脲是最活跃的药剂之一, 研究工作取得了较大的进展, 硫脲法提金工艺已进入工业实用阶段^[1,2]. 因此, 研究经济、有效地从酸性硫脲浸金液中回收金的方法是很有意义的. 溶剂萃取法因其效率高、操作简便、适应性强、生产周期短、处理能力大、金属回收率高、易实现自动化等优点而受到广泛的重视, 一些学者对此做了研究^[2-5]. 本文选用 P507 的煤油溶液作为萃取剂, 研究了从酸性硫脲浸金液中萃取 Au(I). 因 P507 属于阳离子交换萃取剂, 故有从酸性硫脲浸金液中萃取 $Au(TU)_2^+$ 的可能性, 且价廉、易得, 因而具有实际意义.

2 实验

2.1 料液与试剂

料液: 酸性硫脲浸取的印刷电路板边角废料浸金液, 含金为 69.73 mg/L, 铁含量为 2.482 g/L.

P507 萃取剂: 工业纯, 广州有色金属研究院提供, 相对分子量为 306, 密度(20°C)为 0.9460 g/cm³.

萃取剂的预处理: 实验前, P507 萃取剂先用 5% Na_2CO_3 溶液洗涤, 然后用蒸馏水洗涤至中性. 量取不同量的 P507 萃取剂于容量瓶中, 按化学计量比滴加适量的浓氨水, 充分振荡均匀, 使其完全皂化, 即皂化率为 100%. 再用白煤油稀释至刻度, 配制成不同浓度的 P507 萃取液.

白煤油: 由工业白煤油精制而得, 处理方法同文献[6], 作为 P507 的稀释剂.

无水亚硫酸钠: 分析纯.

2.2 实验方法

取 10 ml 料液于分液漏斗中, 按要求的相比加入有机相, 于室温下采用人工振荡的方式进行混相. 静置分相后, 分析萃余液中的金浓度, 有机相中的金浓度用差减法求算.

2.3 分析方法

水相中金、铁的含量分析均采用等离子体发射光谱仪 PS-1000AT 测定.

3 实验结果和讨论

3.1 P507 从酸性硫脲浸金液中萃取 Au(I) 的性能

(1) 料液硫酸浓度对萃取率的影响: 用硫酸调节料液的酸度, 测定了不同硫酸浓度条件下 P507

对金的萃取率. 萃取条件为相比 $O/A=1:1$, 两相混合时间 5 min , $[P507]=1.65 \text{ mol/L}$, 结果如图 1 所示. 由图可见, 当 $[H_2SO_4] = 0.108 \sim 0.659 \text{ mol/L}$ 时, 萃取率基本不变. 当 $[H_2SO_4] > 0.659 \text{ mol/L}$ 时, 萃取率明显下降. 其原因为 P507 是酸性萃取剂, 其萃取属于阳离子交换机理, 在萃取之前经氨水皂化处理, 所以实际上是萃取剂中 NH_4^+ 与水相中 $Au(TU)_2^+$ 进行交换. 当水相中 H_2SO_4 浓度超过一定值时, 水相中的 H^+ 浓度过大, 与 $Au(TU)_2^+$ 竞争萃取明显, 因而金的萃取率下降. 以下实验均采用 $[H_2SO_4] = 0.335 \text{ mol/L}$.

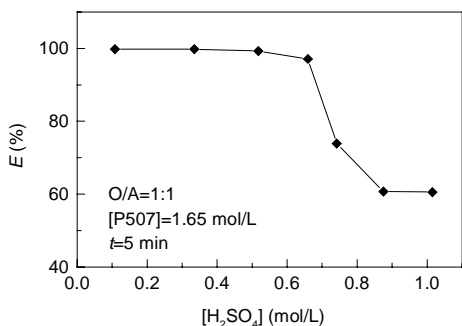


图 1 料液硫酸浓度对萃取率的影响

Fig.1 Effect of $[H_2SO_4]$ on the extraction of gold

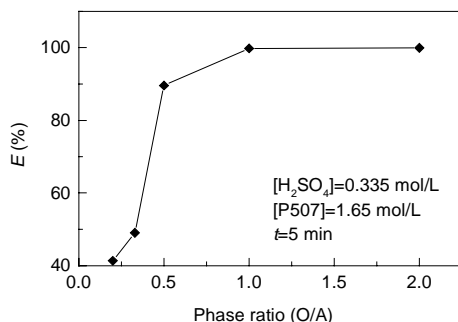


图 2 相比对萃取率的影响

Fig.2 Effect of phase ratio on the extraction of gold

(2) 萃取相比对萃取率的影响: 图 2 示出了相比 O/A 对萃取率的影响. 萃取条件为 $[P507]=1.65 \text{ mol/L}$, 料液 $[H_2SO_4]=0.335 \text{ mol/L}$, 两相混合时间为 5 min . 结果表明, 随着有机相体积的增加, 萃取率显著提高. 当相比 $O/A=1:1$ 时, 萃取率达到 99.80% .

(3) 萃取时间对萃取率的影响: 图 3 显示了两相接触时间与萃取率的关系. 结果表明, 在 $[P507]=1.65 \text{ mol/L}$ 、料液 $[H_2SO_4]=0.335 \text{ mol/L}$ 、相比 $O/A=1:1$ 的条件下, 两相接触时间 1 min 已基本达平衡, 说明此萃取反应为快速反应, 平衡时间短. 为了使反应更充分, 本实验反应时间都采用 5 min .

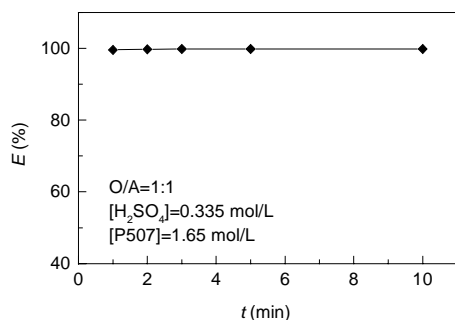


图 3 两相接触时间对萃取率的影响

Fig.3 Effect of contact time on the extraction of gold

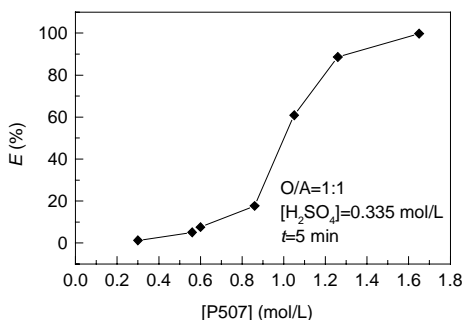


图 4 萃取剂浓度对萃取率的影响

Fig.4 Effect of extractant concentration on the extraction of gold

(4) 萃取剂浓度对萃取率的影响: 固定相比 $O/A=1:1$, 料液 $[H_2SO_4]=0.335 \text{ mol/L}$, 两相混合时间 5 min . 改变有机相萃取剂的浓度, 考察其对萃取率的影响, 结果如图 4 所示. 由图可见, 随着萃取剂浓度的增加, 萃取率也增大. 在萃取剂浓度 $< 0.86 \text{ mol/L}$ 时, 萃取率上升幅度不大; 但当萃取剂浓度 $> 0.86 \text{ mol/L}$ 时, 萃取率提高很快, 当萃取剂浓度为 1.65 mol/L 时, 萃取率已达 99.80% .

3.2 Na_2SO_3 溶液反萃 Au(I)

(1) Na_2SO_3 溶液浓度对反萃率的影响：实验先在相比 $O/A=1:1$ ， $[\text{P507}]=1.65 \text{ mol/L}$ 料液 $[\text{H}_2\text{SO}_4]=0.335 \text{ mol/L}$ ，两相混合时间为 5 min 的萃取条件下进行萃取，制出含金 69.59 mg/L 的有机相。以相比 $O/A=1:1$ ，反萃时间 5 min 进行反萃。改变 Na_2SO_3 溶液浓度，考察其对反萃率的影响，结果见图 5。由图可见，在 Na_2SO_3 浓度低于 30 g/L 时，反萃率随着 Na_2SO_3 溶液浓度的增加而迅速增大，之后随着 Na_2SO_3 溶液浓度的增大，反萃率变化不大，在其浓度为 50 g/L 时，反萃率达到最大值 82.45%，之后缓慢下降。

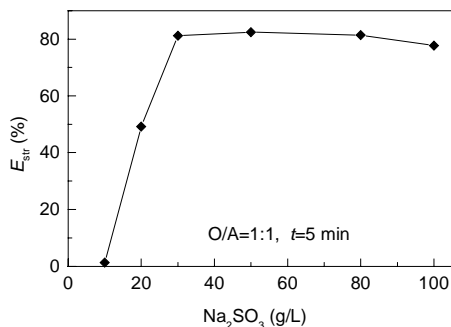


图 5 Na_2SO_3 溶液浓度对反萃率的影响

Fig.5 Effect of Na_2SO_3 conc. on the stripping of gold

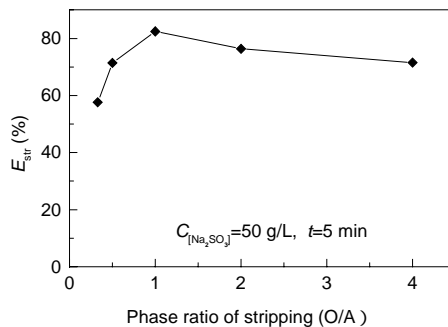


图 6 反萃相对反萃率的影响

Fig.6 Effect of phase ratio on the stripping of gold

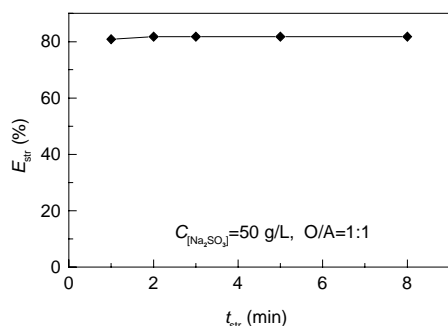


图 7 反萃时间对反萃率的影响

Fig.7 Effect of stripping time on the stripping of gold

(2) 反萃相对反萃率的影响：图 6 显示了用 50 g/L 的 Na_2SO_3 溶液反萃 5 min 时，不同相比对反萃率的影响。结果表明，随着 Na_2SO_3 溶液体积的增加，反萃率随之增大；在相比 $O/A=1:1$ 时，反萃率出现一最大值，达到 82.45%，然后逐渐下降。

(3) 反萃时间对反萃率的影响：图 7 示出了在 Na_2SO_3 浓度等于 50 g/L、相比 $O/A=1:1$ 的反萃条件下，改变反萃时间对反萃率的影响。结果表明，反萃 2 min 基本可达平衡，为了使反萃更充分，本实验采用 5 min。

3.3 金、铁分离的实验

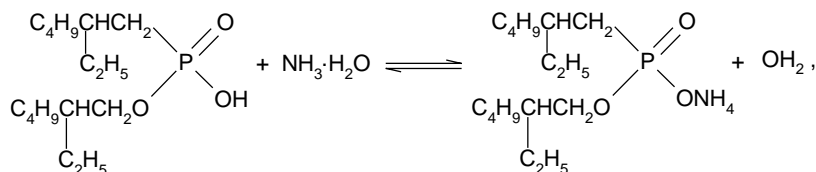
在相比 $O/A=1:1$ 的条件下，进行了从酸性硫脲浸金液中萃取、反萃金和铁的实验。从表 1 可看出，金、铁发生共萃，且萃取率都很高，铁被完全萃入有机相，两者没有达到分离。通过 Na_2SO_3 溶液反萃，金的一级反萃率达 82.45%，而铁没有被反萃入水相，从而达到金、铁分离。有机相中铁的洗脱另文报道。

表 1 金、铁的萃取和反萃
Table 1 Extraction and stripping of gold and iron

	Extraction (%)	Stripping (%)
Au	99.80	82.45
Fe	100	0

3.4 萃取和反萃机理的讨论

P507 是酸性萃取剂, 在萃取前用氨水皂化, 发生如下反应:



然后再与料液接触萃取. 根据上述实验现象及酸性萃取剂的性质, 认为萃取过程为萃取剂中 NH_4^+ 与水相中 $\text{Au}(\text{TU})_2^+$ 进行交换, 实现阳离子交换萃取, 从而 $\text{Au}(\text{TU})_2^+$ 进入有机相.

负载金的有机相用 Na_2SO_3 溶液进行反萃^[7], 由于 SO_3^{2-} 与 $\text{Au}(\text{I})$ 能生成稳定的配合物 $[\text{Au}(\text{SO}_3)_2]^{2-}$, 从而金被反萃入水相.

4 结论

用 P507 煤油溶液从酸性硫脲浸金液中回收金的实验结果表明:

(1) 1.65 mol/L 的 P507, 在料液 $[\text{H}_2\text{SO}_4] = 0.335$ mol/L、相比 $\text{O}/\text{A} = 1:1$ 、两相接触时间 5 min 的条件下萃取金, 得到金的一级萃取率高达 99.80%.

(2) 50 g/L 的 Na_2SO_3 溶液反萃有机相负载的金. 在相比 $\text{O}/\text{A} = 1:1$ 、两相接触时间 5 min 的条件下, 金的一级反萃率达 82.45%, 同时铁没有被反萃下来, 从而达到金、铁的分选.

参考文献:

- [1] Hisshion R J, Waller C G. Recovering Gold with Thiourea [J]. Mining Magazine, 1984, 151(3): 237-243.
- [2] 徐悦华, 程飞, 古国榜. 石油亚砷从酸性硫脲浸金液中萃取 Au(I) 的性能及机理 [J]. 黄金, 1992, 13(7): 49-52.
- [3] 闫英桃, 刘建. HDEHP-乙酸丁酯有机相萃取硫脲金的研究 [J]. 湿法冶金, 1997, 16(3): 8-12.
- [4] 古国榜, 徐悦华. 石油亚砷在硫脲浸金液中萃取 Au(I) 之机理 [J]. 贵金属, 1991, 12(1): 77-82.
- [5] 程飞, 张振民, 古国榜. 石油亚砷从硫脲浸金液中萃取金的研究 [J]. 稀有金属, 1994, 18(3): 179-182.
- [6] 贺宗奇, 龙惕吾, 古国榜. 石油亚砷从盐酸介质中萃取钼的机理的探讨 [J]. 化工冶金, 1986, 7(4): 46-51.
- [7] 李东亮. 银金铂的性质及其应用 [M]. 北京: 高等教育出版社, 1998. 34.

Recovery of Gold from Gold-leaching Acidic Thiourea Solution by P507 Extraction and Na_2SO_3 Stripping

ZHU Ping, GU Guo-bang, JIA Bao-qiong

(South China University of Technology, Wushan, Guangdong 510640, China)

Abstract: The performance using P507 to extract gold from gold-leaching acidic thiourea solution was investigated. Gold was extracted by P507 of 1.65 mol/L in kerosene under the conditions of H_2SO_4 concentration 0.335 mol/L, phase ratio 1:1 and time of contact 5 min. The percentage extraction in a single stage reached 99.80%. When 50 g/L Na_2SO_3 was used for stripping, the percentage stripping in one stage reached 82.45%, and gold was separated from iron by stripping operation.

Key words: gold; thiourea; extraction; P507