

黄金真空蒸馏精炼技术试验研究与生产实践

黄宪涛, 郭艳波

(济源市金利金鸿实业有限公司, 河南 济源 454683)

[摘要] 针对传统湿法黄金精炼工艺存在产品含银量超标,副产物含酸废水、氮氧化物、氯化银等环保回收对环境产生压力等弊端,采用真空蒸馏技术进行黄金精炼,开展了试验研究和工业化实践,并简述了黄金真空精炼的技术优势和生产实践中发现的问题,对黄金真空精炼技术的前景进行展望。试验结果表明,在蒸馏温度1300℃、蒸馏时间60 min、加入金银合金量6 kg的条件下,黄金精炼效果最好,产品纯度高,达92.89%,产品直收率最高,达到99.57%。试验验证了利用真空蒸馏技术进行黄金精炼的工艺可行性。工业化实践表明,金和银的回收率均达到99%以上。

[关键词] 黄金;真空炉;精炼;绿色环保

[中图分类号] TF831; TF131

[文献标志码] B

[文章编号] 2097-2423(2025)01-0031-04

DOI: 10.19610/j.cnki.cn10-1873/tf.2025.01.005

0 引言

目前,国内黄金精炼普遍采用的是湿法工艺:将电解银产出的黑金泥烘干后使用硝酸进行溶解,硝酸将绝大部分银基合金溶解到溶液中,过滤后得到黑金粉,黑金粉使用王水进行分金得到分金液,然后将分金液用草酸进行还原,最后洗去残酸铸锭后得到黄金。上述方法虽然可以提取黄金,但是在生产过程中硝酸溶解和洗涤不彻底容易导致黄金产品含银量超标,从而造成前期大量的硝酸消耗和工艺反复,并且产生的大量含酸废水和氮氧化物也需要进行环保治理并回收^[1],冶金过程中产生的氯化银等副产品同样需要进行再回收,含酸废水^[2]、氮氧化物、氯化银等中和回收过程也会对环境产生一定的压力。

近些年来,随着国家环保治理力度的加大,许多传统的冶炼工艺、设备、技术面临淘汰的局面。随着

工业技术的不断进步,新的冶炼工艺也在实践过程中不断趋于成熟。其中,最具代表性的冶炼工艺——真空冶金技术脱颖而出。通过试验研究和生产实践,将真空蒸馏技术运用到黄金精炼中,不仅可以得到合格黄金,还可节约生产成本,减少环保投入,而且改善作业环境,缩减生产环节,减少“三废”产生和排放。本文基于真空蒸馏基本原理,采用金银合金进行真空蒸馏试验研究,验证利用真空蒸馏技术进行黄金精炼的工艺可行性,并通过试验结果指导工业化实践。

1 真空蒸馏原理

真空蒸馏是利用液态合金各个组元产生的蒸汽压不同的原理,在低于大气压的高温条件下,低沸点金属元素挥发,高沸点金属元素残留,使各金属元素分离,从而达到提纯的目的^[3-4]。蒸气压是在某一温度下一种物质的液相与其上方的气相呈平衡状态时的压力,也称饱和蒸气压。蒸气压表示该液体在一定温度下的蒸发和气化的能力,蒸气压愈高,液体愈易于气化。根据各种金属及其化合物在真空环境下饱和蒸气压的不同,物质在真空中易于气化,低沸点的金属及其化合物较高沸点的金属及其化合物更易挥发的原理,可实现金属彼此分离以及提纯的目的^[5]。

纯物质金、银、铜、铋、铅、铈的蒸气压表达式见式(1)~(6);纯物质金、银、铜、铋、铅、铈的蒸气压与沸点关系见表1。

[收稿日期] 2024-08-10

[作者简介] 黄宪涛(1975—),男,主要从事贵金属冶炼工作。

[引用格式] 黄宪涛,郭艳波.黄金真空蒸馏精炼技术试验研究与生产实践[J].绿色矿冶,2025,41(1):31-34,43.

HUANG Xiantao, GUO Yanbo. Experimental study and production practice of gold refining by vacuum distillation technology[J]. Sustainable Mining and Metallurgy, 2025, 41(1): 31-34,43.

表1 金、银、铜、铋、铅、锑的蒸气压与熔点

元素	温度/℃				熔点/℃
	1.33×10^{-1} Pa	1.33 Pa	1.33×10^1 Pa	1.33×10^2 Pa	
Au	1 260	1 403	1 574	1 786	1 064
Ag	918	1 028	1 163	1 330	962
Cu	1 133	1 264	1 419	1 617	1 085
∑ Bi	415	487	614	767	271
Bi ₂	564	649	754	888	
Bi	517	595	691	810	
Pb	630	722	837	977	327
∑ Sb	476	533	510	731	631
Sb ₄	476	535	607	751	
Sb ₂	604	685	790	925	
Sb	824	931	1 061	1 225	

$$\lg P_{\text{Au}} = -19 280 T^{-1} - 1.01 \lg T + 14.505 \times (1 064 \sim 2 857) \quad (1)$$

$$\lg P_{\text{Ag}} = -14 400 T^{-1} - 0.85 \lg T + 13.825 \times (962 \sim 2 163) \quad (2)$$

$$\lg P_{\text{Cu}} = -17 520 T^{-1} - 1.21 \lg T + 15.335 \times (1 085 \sim 2 563) \quad (3)$$

$$\lg P_{\text{Bi}} = -10 400 T^{-1} - 1.26 \lg T + 14.475 \times (271 \sim 1 564) \quad (4)$$

$$\lg P_{\text{Pb}} = -10 130 T^{-1} - 0.985 \lg T + 13.285 \times (327 \sim 1 750) \quad (5)$$

$$\lg P_{\text{Sb}_2} = -6 500 T^{-1} + 8.495 \times (631 \sim 1 587) \quad (6)$$

式中, P 为蒸气压, T 为温度, $^{\circ}\text{C}$ 。

从表1中可以看出,在相同蒸气压条件下,金在13.3 Pa时的沸点为1 574 $^{\circ}\text{C}$,与银(1 163 $^{\circ}\text{C}$)、铋(614 ~ 691 $^{\circ}\text{C}$)、铅(837 $^{\circ}\text{C}$)、锑(510 ~ 1 061 $^{\circ}\text{C}$)的沸点相差很大。理论上,只要将真空度维持在0.133 ~ 133 Pa,蒸馏温度控制在918 ~ 1 330 $^{\circ}\text{C}$,便可以实现银、铋、铅、锑与金分离的结果。

2 试验

2.1 试验物料及分析

试验原料主要来自电解银生产过程中产生的黑金泥。在试验之前,需要将黑金泥在中频炉中进行熔化以除去水分,避免水分对真空设备和真空度产生影响。通常在熔化过程中要加入适量的助熔剂(一般选择纯碱),以便除去表面残渣和残酸,从而降低其对真空蒸馏过程的干扰。经过预处理后的黑金泥称为金银合金,对其采用S1-TITAN手持式X荧光光谱仪进行成分分析,结果见表2。

由表2可以看出,金银合金中银含量最高,占总量的62.31%,银也是需要除去的最主要杂质;金含量其次,占总量的27.78%;铜、铋、铅、锑等杂质占总量的9.91%,其余杂质含量占总量的0.65%。

表2 金银合金成分(质量百分比)

元素	Au	Ag	Cu	Bi	Pb	Sb	余量	合计
含量/%	27.78	62.31	1.44	3.31	2.65	1.86	0.65	100

2.2 试验仪器

由于金银合金成分中银含量占60%以上,结合表1可以预测合金熔点接近银的熔点(约1 000 $^{\circ}\text{C}$),在常态下采用连续进料方式难以实现,因此间断进料方式成为黄金真空精炼的首选。主炉选用卧式真空炉(图1)。

由图1可知,炉盖固定在底座上,炉体设计滚轮配合底座的轨道方便物料进出,炉体内部设计活动冷凝器,方便挥发物凝结和取出,炉体正面设计观察孔;抽真空装置选择旋片式真空泵创造真空环境;泵体与过滤器间安装进、排气电磁阀,方便控制炉内真空状态。主炉供热采用电磁感应中频加热方式配水冷线圈保证设备稳定性。主炉内设计支架放置石墨坩埚,设计带转轴的倾倒结构,方便残留物料取出。

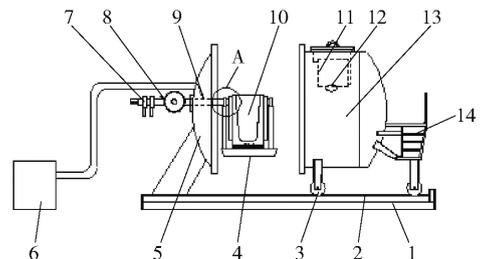


图1 黄金真空精炼设备连接示意图

1 - 底座; 2 - 轨道; 3 - 滚轮; 4 - 支架; 5 - 炉盖; 6 - 抽真空装置; 7 - 水冷线圈; 8 - 倾倒结构; 9 - 转轴; 10 - 坩埚; 11 - 冷凝器; 12 - 观察孔; 13 - 炉体; 14 - 移动平台

2.3 试验过程及方法

将电解银黑金泥分成3份,分别使用中频炉进行加热烘干,待完全烘干后升温熔化熔炼成合金并进行元素分析;检查分金真空炉设施通电、炉体气密性、冷却水循环等情况,排除异常问题和设备故障;将合金加入坩埚中,由于是电磁感应加热,尽量保证物料立式放置降低熔化难度;关闭真空密封舱,开启真空泵抽真空作业;待内部压力达到20 Pa左右时开始主炉升温,观察物料熔化情况,一般在0.5 h内可升至需要温度,3份金银合金分别在1 250 $^{\circ}\text{C}$ 、1 300 $^{\circ}\text{C}$ 、1 350 $^{\circ}\text{C}$ 温度下进行蒸馏。通过观察孔可

以看到内部有少量冷凝液体落下,由于大量挥发物挥发,真空度稳定在80~90 Pa,恒温60 min,直至坩埚上部不再有冷凝液体滴落,开始降温冷却;冷却至400℃以下(石墨坩埚在500℃遇空气会氧化燃烧,因此一般要控制实际温度低于500℃再进行泄真空出仓)后泄尽炉内真空出仓,进行挥发物和残留物分析。

3 试验结果与分析

3.1 温度对蒸馏效果的影响

固定试验条件:真空度80~90 Pa,蒸馏时间60 min,加入金银合金6 kg,控制蒸馏温度为1 250℃、1 300℃、1 350℃,考察不同蒸馏温度对蒸馏效果的影响,结果见表3。

表3 不同温度条件下产出物料金、银含量对比

试验序号	温度/℃	挥发物/%		残留物/%	
		Au	Ag	Au	Ag
1#	1 250	<0.001	90.02	88.48	6.77
2#	1 300	0.17	88.28	92.89	1.53
3#	1 350	3.09	84.81	93.31	0.46

由表3可知,温度越高,挥发的银越多。在1 250℃时残留物的含银量最高(6.77%),含金量最低(88.48%);在1 350℃时残留物中的含银量最低(0.46%),含金量最高(93.31%)。

3.2 物料加入量对蒸馏效果的影响

固定试验条件:真空度80~90 Pa,蒸馏温度1 300℃,蒸馏时间1 h,控制金银合金加入量为5 kg、6 kg、7 kg,考察金银合金加入量对蒸馏效果的影响,结果见表4。

表4 不同投料量条件下产出物料金、银含量对比

试验序号	处理量/kg	挥发物/%		残留物/%	
		Au	Ag	Au	Ag
1#	5	5.62	82.28	93.38	<0.001
2#	6	0.14	88.32	92.8	1.83
3#	7	<0.001	89.82	86.57	8.57

由表4可知,金银合金量加入在5 kg时,残留物含银量最低(<0.001%),含金量最高(93.38%);加料量越大,残留物含银量逐步升高,蒸馏效果不够理想。

3.3 蒸馏时间对蒸馏效果的影响

固定试验条件:真空度80~90 Pa,蒸馏温度

1 300℃,加入金银合金量6 kg,控制蒸馏时间50 min、60 min、70 min,考察蒸馏时间对蒸馏效果的影响,结果见表5。

由表5可知,在蒸馏时间70 min时,残留物含银量最低(<0.001%),含金量最高(94.01%);蒸馏时间越短,残留物含银量越高,说明挥发效果不好。

表5 不同蒸馏时长条件下产出物料金、银含量对比

试验序号	时长/min	挥发物/%		残留物/%	
		Au	Ag	Au	Ag
1#	50	<0.001	90.35	87.69	6.25
2#	60	0.16	88.18	92.85	1.8
3#	70	3.25	85.56	94.01	<0.001

通过上述试验发现,黄金真空精炼效果在试生产过程中与蒸馏温度、金银合金处理量以及蒸馏时长存在直接联系。在处理量6 kg、蒸馏时长为60 min的条件下,温度越高,残留物中含银量最低;在温度1 300℃、蒸馏时长为60 min的条件下,金银合金加入量越多,残留物中含银量最高;在温度1 300℃、处理量6 kg条件下,残留物中的含银量与蒸馏时间呈反比。这说明物质在达到饱和和蒸气压后,挥发的物质的量不再增加,如需要提高物料蒸发量,就需要延长蒸馏时间。在真空度80~90 Pa,蒸馏温度1 350℃,金银合金加入量5 kg的条件下,蒸馏时间在70 min时效果最佳。

4 生产实践

4.1 真空设备及参数

按照生产规模,某厂每天需处理60 kg的金银合金,因此设计25 kg真空蒸馏炉(图2)。由于试验物料中贵金属成分占到90%,价值高,为避免取样分析



图2 25 kg真空蒸馏炉

过程的损耗,使用布鲁克公司生产的 S1-TITAN 手持式 X 荧光光谱仪(图 3)分析检测金银合金和挥发物、残留物的成分。



图 3 S1-TITAN 手持式 X 荧光光谱仪

4.2 真空蒸馏效果验证

根据上述试验对比结果,同时考虑贵金属物料直收率的问题,在温度 1 300 ℃、真空度 80 ~ 90 Pa、投入物料量 6 kg、蒸馏时间 1 h 的条件下,进行生产实践,对得到的挥发物和残留物进行物料平衡计算,结果见表 6。

由表 6 可知,在温度 1 300 ℃ 条件下,真空蒸馏金、银的回收率分别是 100% 和 99.94%,金、银直收率分别为 99.75% 和 99.21%。金的主要走向为残留物,残留物含金量达到 92.89%,银的主要走向为挥发物,挥发物含银量达到 88.28%,金、银走向明显。在残留物成分测定中,使用手持式合金分析仪已经无法测得 Bi、Pb、Sb 这三种元素的含量。因此,在考虑贵金属直收率的前提下,在真空度 80 ~

表 6 1 300 ℃ 真空蒸馏物料平衡计算

元素	投入合金		产出挥发物		产出残留物		直收率/%	回收率/%
	含量/%	重量/g	含量/%	重量/g	含量/%	重量/g		
Au	27.78	1 627	0.17	7	92.89	1 620	99.75	100
Ag	62.31	3 650	88.28	3 621	1.53	27	99.21	99.94
Cu	1.44	84	0.03	1	4.71	82		
Bi	3.31	194	4.65	191	0	0		
Pb	2.65	155	3.73	153	0	0		
Sb	1.86	109	2.61	107	0	0		
余量	0.65	38	0.53	22	0.87	15		
总计	100	5 858	100	4 102	100	1 744		

90 Pa、蒸馏温度 1 300 ℃、金银合金加入量 6 kg、蒸馏时间在 60 min 条件下,蒸馏效果最佳。

4.3 真空蒸馏优势分析

按照上述试验结论,在某公司进行了黄金真空精炼实践生产。物料投加量从最初的 6 kg/炉次提升至 23 kg/炉次,且产出挥发物含银量、残留物含金量稳定,为进一步精炼创造了良好的条件。同时,使用黄金真空精炼工艺后,不仅减少了大量酸类的使用,降低了环保处理压力,同时提高了物料周转速度,降低了资金占用和成本。

4.4 存在的问题及解决方法

从目前来看,黄金的真空精炼工艺操作是可行的,但在生产实践过程中仍存在一些问题。一是无法分离铜,由纯物质蒸气压和真空蒸馏物料平衡计算可知,金、铜两种物质的沸点比较相近,无法在精炼过程中分离,需要通过进一步精炼处

理;二是耐火绝缘材料寿命短,由于黄金真空精炼要求的温度偏高,在真空条件下耐火绝缘材料的熔点也会降低,易造成部分耐火绝缘材料烧损,以及部分检测设备和仪表损坏,备品备件多为自行设计制作,且制作要求较高,保养、维护成本偏高。

5 结论及展望

试验和生产实践表明,在真空度 80 ~ 90 Pa,温度在 1 300 ℃,蒸馏时间 60 min,金银合金最佳处理量 6 kg 条件下,蒸馏后产出的挥发物和残留物中的金、银的回收率和直收率均能达到 99% 以上。随着国家对环保治理力度的加大和新固废管理法的出台,新型冶炼技术的不断推广,黄金真空精炼技术的优势展现无疑,黄金真空精炼技术是可行的。

the copper scum oxygen-enriched bath smelting process, copper scum low-temperature oxidation smelting process and crude lead continuous refining copper removal process have good application prospects. After solving the problems of high arsenic content in crude lead, high lead content in lead matte, long furnace junction in raw material room and circulating boiler, the preliminary pyrometallurgical continuous refining copper removal process of crude lead will become the mainstream process of comprehensive recovery of copper metal in crude lead.

Key words: copper scum; lead matte copper; crude lead; oxygen-enriched side-blown; low-temperature oxidation smelting; continuous refining for copper removal

(上接第34页)

[参考文献]

- [1] 豆娜,赵福财,李玉玺,等.亚硫酸氢钠-空气法处理氰化尾渣试验研究[J].有色冶金节能,2021,37(4):20-24.
- [2] 陈鹏.黄金冶炼废水零排放处理技术的工业应用[J].

中国有色冶金,2016,45(4):56-61.

- [3] 刘喜海,徐成海,郑险峰.真空冶炼[M].北京:化学工业出版社,2013.
- [4] 杨斌,庞俭,孔令鑫,等.粗锡绿色短流程精炼[J].绿色矿冶,2023,39(1):21-32.
- [5] 王晓冬.真空技术[M].北京:冶金工业出版社,2006.

Experimental Study and Production Practice of Gold Refining by Vacuum Distillation Technology

HUANG Xiantao, GUO Yanbo

(Jiyuan Jinli Jinhong Industrial Co., Ltd., Jiyuan, Henan 454683)

Abstract: In view of the disadvantages of the traditional wet gold refining process, such as the excessive silver content of gold products, the pressure on the environment caused by the environmental protection recovery of acid-containing wastewater, nitrogen oxides, silver chloride and other by-products, the vacuum distillation technology was used for gold refining, and the experimental research and industrial practice were carried out. The technical advantages of gold vacuum refining and the problems found in production practice were briefly described, and the prospect of gold vacuum refining technology was prospected. The experimental results show that under the conditions of distillation temperature of 1 300 °C, distillation time of 60 min and gold and silver alloy amount of 6 kg, the gold refining effect is the best, the purity of the product is high, up to 92.89%, and the direct yield of the product is the highest, reaching 99.57%. The feasibility of gold refining by vacuum distillation technology was verified by experiments. Industrial practice shows that the recovery rate of gold and silver is more than 99%.

Key words: gold; vacuum furnace; refining; green environmental protection