



(12) 发明专利

(10) 授权公告号 CN 110484724 B

(45) 授权公告日 2021.02.02

(21) 申请号 201910797037.4

(22) 申请日 2019.08.27

(65) 同一申请的已公布的文献号
申请公布号 CN 110484724 A

(43) 申请公布日 2019.11.22

(73) 专利权人 浙江工业大学
地址 310014 浙江省杭州市下城区潮王路
18号

(72) 发明人 李小年 芮佳瑶 丰枫 孙嫣霞
赵佳 刘佳媚 郭伶俐 张群峰
许孝良 卢春山

(74) 专利代理机构 杭州天正专利事务所有限公
司 33201
代理人 黄美娟 俞慧

(51) Int.Cl.

G22B 3/16 (2006.01)

G22B 11/00 (2006.01)

(56) 对比文件

CN 101457292 A, 2009.06.17

CN 101736157 A, 2010.06.16

CN 102433441 A, 2012.05.02

CN 104775034 A, 2015.07.15

JP 2008106347 A, 2008.05.08

US 2012222519 A1, 2012.09.06

审查员 曾彩霞

权利要求书1页 说明书8页

(54) 发明名称

一种基于离子液体的浸金剂及浸金方法

(57) 摘要

本发明公开了一种基于离子液体的浸金剂及浸金方法。所述基于离子液体的浸金剂是由1-甲基-3-(4-二乙酰氧基碘苯甲基)咪唑四氟硼酸盐、离子液体和水按照物质的量比1:1-20:20-140的比例混合制成,所述的离子液体为含卤素阴离子或双腈胺根离子的离子液体。本发明提供了一种基于离子液体的浸金方法,所述浸金方法包括:1) 制备所述的基于离子液体的浸金剂;2) 将含有贵金属的样品加入步骤1) 得到的浸金剂中,充分搅拌使贵金属浸出。本发明的浸金剂绿色环保、兼具良好的氧化性和配位能力,能浸出金、钯、铂、铑等贵金属,浸金速度快且提取率高。

1. 一种基于离子液体的浸金剂,其特征在于:所述浸金剂是由1-甲基-3-(4-二乙酰氧基碘苯甲基)咪唑四氟硼酸盐、离子液体和水按照物质的量比1:1-20:20-140的比例混合制成,所述的离子液体为含卤素阴离子或双氰胺根离子的离子液体。

2. 如权利要求1所述的浸金剂,其特征在于:所述离子液体为1-己基-3-甲基咪唑氯盐、四丁基氯化磷、三丁基一甲基氯化铵、1-己基-3-甲基咪唑溴盐或1-己基-3-甲基咪唑双氰胺盐。

3. 如权利要求1或2所述的浸金剂,其特征在于:所述1-甲基-3-(4-二乙酰氧基碘苯甲基)咪唑四氟硼酸盐与离子液体的物质的量比为1:2~1:5。

4. 如权利要求1或2所述的浸金剂,其特征在于:所述1-甲基-3-(4-二乙酰氧基碘苯甲基)咪唑四氟硼酸盐与水的物质的量比为1:25~1:30。

5. 一种基于离子液体的浸金方法,所述浸金方法包括:

1) 制备如权利要求1所述的基于离子液体的浸金剂;

2) 将含有贵金属的样品加入步骤1)得到的浸金剂中,充分搅拌使贵金属浸出。

6. 如权利要求5所述的浸金方法,其特征在于:所述浸金方法还包括如下步骤3):在步骤2)得到的浸出液中加入一定比例的水在室温下进行沉淀,抽滤分离固液混合物,得到固体沉淀物和滤液;所得的滤液蒸去水分,即为回收离子液体,回收离子液体可循环使用;所得的固态沉淀物用一定浓度的甲酸水溶液进行还原得到单质贵金属。

7. 如权利要求5或6所述的浸金方法,其特征在于:所述的贵金属为金、钯、铂、铑中的至少一种。

8. 如权利要求7所述的浸金方法,其特征在于:所述的含有贵金属的样品为贵金属粉末或者金矿颗粒。

9. 如权利要求5或6所述的浸金方法,其特征在于:步骤2)中,控制浸出温度为10~70℃。

10. 如权利要求9所述的浸金方法,其特征在于:步骤2)中,浸出温度为20~30℃。

一种基于离子液体的浸金剂及浸金方法

(一) 技术领域

[0001] 本发明涉及一种基于离子液体的浸金剂及浸金方法。

(二) 背景技术

[0002] 贵金属除了本身具有较高的价值以外,因其独特的物理化学特性而被广泛应用于电子电器、通讯、计算机、航空航天、石油化工等现代科技和工业领域,比如作为负载金属或直接作为催化剂用于催化各类反应,也可应用于食品安全检测,可以说贵金属是现代工业和经济中不可或缺的战略资源。

[0003] 在自然界,贵金属普遍存在于矿石中,冶炼的方法大致可分为物理冶金和化学冶金两大类,但是物理冶金方法只适用于高品位矿石,提取效率低。目前矿石品味普遍较低,难处理金矿石多,所以贵金属冶炼的方法以化学方法为主。化学法中较为成熟的有湿法和火法两大类。下面以黄金为例对现有的冶金方法进行比较。

[0004] 火法通过焙烧暴露金粒,工艺简单,适用性强,但是工艺所需的温度在1000℃以上(专利:CN103572067A;专利:CN109207726A),能耗高,在生产过程中会产生大量粉尘和废气,严重危害操作人员健康,对环境造成污染。

[0005] 与火法冶金相比,湿法冶金通过添加化学试剂进行氧化,浸金过程在溶液中进行,对温度要求不高,一般为中低温,条件相对比较温和。湿法冶金中的氰化法是目前冶金工业应用最成熟广泛的方法之一。在氰化的过程中,金被氧化成 Au^+ ,与 CN^- 络合形成 $[Au(CN)_2]^-$,由于该络合物非常稳定,所以可以快速浸金。(黄金科学技术,17(2009):60-63)虽然此方法可以快速高效地提取金,但是氰化物对环境和人体都有很大的危害。为了减少有害化学品的使用和冶金过程中对环境造成的危害,研究人员对氰化法进行了优化。

[0006] 优化方法有液相氧化剂辅助浸出和氨氰助浸等。文献(E&MJ-Engineering, and Mining Journal,6(1991):36-37)报道通过添加过氧化氢,可以缩短浸出时间,减少氰化物的使用量。氨氰助浸法是在氰化浸出液中加入氨,提供配合物,形成的铜氨离子可以抑制铜、金的配合竞争,铜氨离子同时具有氧化性能,有利于金的浸出,减少了氰化物的消耗。(文献:贵金属,4(2016):66-70)除此之外,还可以通过辅助方法和预处理提高冶金效率,比如机械活化,球磨和氰化浸出同时进行,可以不断暴露金粒,使其保持新鲜,缩短浸出时间;生物氧化预处理法,使用了特定的微生物对矿石进行处理,使杂质组分氧化分解,充分暴露金组分,便于后续浸金剂和金的接触,也减少了杂质组分的耗氧量,从而减少氰化物的使用。(湿法冶金,1(2008):1-6)

[0007] 虽然通过方法的改进和工艺的优化可以减少氰化物的用量,但是工业级别氰化物的使用量对环境造成的危害仍不容小觑,寻找可供替代的浸金剂是非常有必要的。所以研究人员将研究方向转向了非氰化法。

[0008] 近年来在非氰化法方面研究较多的有以下几类:1)氯化法,最早的冶金方法之一,操作简单,浸金速度快,但是所采用的氯化物为氯气、次氯酸等,严重腐蚀设备,对生产设备的耐腐蚀要求很高。以氯化法为基础发展起来的还有高温氯化挥发焙烧法、电氯化浸出法

等,这些方法需要高温或通电,耗能高,也会对环境造成污染;2) 硫代硫酸盐法,浸金速度快,试剂无毒,但是只有在碱性条件下金才能与硫代硫酸盐形成稳定络合物,碱消耗量大,增加了废液处理难度。另一方面,硫代硫酸盐稳定性差,要加入二氧化硫或亚硫酸盐作为稳定剂,硫代硫酸盐的消耗量也很大。3) 硫脲法,浸金条件温和,选择性好,但是需要在酸性条件下,50℃-60℃,用 Fe^{3+} 作为催化剂。该方法酸耗高,而且传统硫脲法浸出时间长,硫脲不稳定,易于氧化分解,对设备腐蚀严重。外加磁场或超声波可以强化该技术,但是大大增加了耗能。此外,硫脲价格较贵,试剂消耗量又大,生产成本低。(文献:湿法冶金,1(2008):1-6;矿冶,1(2000):92-98)

[0009] 综上所述,至今仍没有一种高效且环保、可持续性的浸金剂来取代应用广泛的氰化提金法。另一方面,随着现代社会的发展日益加速,工业上对于贵金属的需求越来越大,利用有限的资源实现价值最大化和发展环境友好型工艺是冶金行业可持续发展的必由之路,寻找一种更合适的贵金属冶炼方法和可持续的工艺是势在必行的。

[0010] 从原理出发,在浸金的过程中,贵金属先被氧化,再形成络合离子,进入溶液中。所以浸金剂需要同时具有氧化性和配位能力。

[0011] 离子液体是近年来发展迅速的一类绿色溶剂,它完全由阴阳离子组成,不存在电中性分子,可以提供大量的配体。而且它的蒸汽压几乎为零,在化工生产过程中不会产生空气污染,是一类环境友好型试剂。常见的离子液体阳离子主要有季铵类、季膦盐类、胍类、含氮杂环类(吡啶盐类、咪唑盐类、噻唑类等)等,而常见的阴离子包括 $[\text{AlCl}_4]^-$ 、 $[\text{PF}_6]^-$ 、 $[\text{CF}_3\text{SO}_3]^-$ 、 $[\text{BF}_4]^-$ 以及卤素阴离子(Cl^- 、 Br^- 、 I^-)等。离子液体可以作为许多有机物、高分子材料、无机物的溶剂,被认为是传统有机溶剂的良好替代品。此外,有文献[Chemical Communication,1(2001):135-136;Journal of American Chemistry Society,125(2003):15466-15473;Industrial&Engineering Chemistry Researcher,54(2015):705-711]报道离子液体作为萃取剂在金属离子提取方面也有非常广泛的应用,离子液体的阴阳离子可以与金属阳离子形成配合物,萃取液体中的金属。通过设计、修饰不同的阴、阳离子,理论上可合成出1万亿种以上的离子液体,在复杂的冶金环境中,离子液体具有应用灵活和适应性强等优势。而且由于离子液体饱和蒸汽压几乎为零,在生产过程中不会有太大损耗,回收之后仍可用于生产,大大降低了生产成本。因此,寻找一种离子液体体系的浸金试剂是可行并具有重大意义的。

[0012] 离子液体已在金属离子萃取方面有了深入的研究和广泛的应用,但是离子液体提取单质贵金属的方面没有较多的研究。

(三) 发明内容

[0013] 本发明的第一个目的在于提供一种基于离子液体的浸金剂,该浸金剂绿色环保、兼具良好的氧化性和配位能力,能浸出金、钯、铂、铑等贵金属,浸金速度快且提取率高。

[0014] 本发明的第二个目的是提供一种基于离子液体的浸金方法,该方法具有高效、绿色环保、可持续的特点。

[0015] 为实现上述发明目的,本发明采用如下技术方案:

[0016] 本发明提供一种基于离子液体的浸金剂,其由1-甲基-3-(4-二乙酰氧基碘苯基)咪唑四氟硼酸盐($[\text{dibmim}][\text{BF}_4]$)、离子液体和水按照物质的量比1:1-20:20-140的比

例混合制成,所述的离子液体为含卤素阴离子或双腈胺根离子的离子液体。

[0017] 本发明所述的浸金剂,在制备时只需将各个组分混合均匀即可。其中1-甲基-3-(4-二乙酰氧基碘苯甲基)咪唑四氟硼酸盐([dibmim][BF₄])是一种功能性离子液体,可按照文献报道的方法制备。

[0018] 作为优选,所述离子液体为1-己基-3-甲基咪唑氯盐、四丁基氯化磷、三丁基一甲基氯化铵、1-己基-3-甲基咪唑溴盐或1-己基-3-甲基咪唑双氰胺盐。进一步优选为1-己基-3-甲基咪唑氯盐或四丁基氯化磷。

[0019] 作为优选,所述1-甲基-3-(4-二乙酰氧基碘苯甲基)咪唑四氟硼酸盐([dibmim][BF₄])与离子液体的物质的量比为1:2~1:5。

[0020] 作为优选,所述1-甲基-3-(4-二乙酰氧基碘苯甲基)咪唑四氟硼酸盐([dibmim][BF₄])与水的物质的量比为1:25~1:30,水的用量较少,便于浸金体系的重复使用。

[0021] 本发明进一步提供了一种基于离子液体的浸金方法,所述浸金方法包括:

[0022] 1) 制备基于离子液体的浸金剂;

[0023] 2) 将含有贵金属的样品加入步骤1)得到的浸金剂中,充分搅拌使贵金属浸出。

[0024] 作为优选,所述的贵金属为金、钯、铂、铑中的至少一种。

[0025] 作为优选,所述的含有贵金属的样品为贵金属粉末或者金矿颗粒。

[0026] 作为优选,步骤2)中,控制浸出温度为10~70℃,进一步优选浸出温度为20~30℃,该温度范围为室温,不需要外加能耗,浸金体系具有优异的浸金效率,在几分钟内(如四五分钟)即可将贵金属粉末溶解,在几小时内(如3小时)即可将金矿颗粒中的金几乎全部浸出。

[0027] 本发明浸金剂中的1-甲基-3-(4-二乙酰氧基碘苯甲基)咪唑四氟硼酸盐([dibmim][BF₄])和离子液体可循环使用,浸出液中的贵金属离子也可以还原得到单质贵金属。作为优选,所述浸金方法还包括如下步骤3):在步骤2)得到的浸出液中加入一定比例的水在室温下进行沉淀,抽滤分离固液混合物,得到固体沉淀物和滤液;所得的滤液蒸去水分,即为回收离子液体,回收离子液体即可循环使用;所得的固态沉淀物用一定浓度的甲酸水溶液进行还原得到单质贵金属。

[0028] 作为进一步的优选,所述浸出液与水的体积比1:3~1:20,更进一步优选为1:5~1:10。

[0029] 作为优选,甲酸水溶液的浓度为0.05-0.2g/ml,进一步优选为0.08-0.12g/ml。甲酸水溶液的用量以使甲酸过量为宜,作为进一步的优选,贵金属与甲酸的质量比1:100~1:500,更进一步优选为1:100~1:200。

[0030] 作为进一步的优选,还原温度为30~40℃。

[0031] 与传统浸金剂相比,本发明具有以下优点:

[0032] 1、本发明的浸金剂使用的离子液体体系,是环保型化合物,在生产过程中对环境和人几乎没有危害,符合当下建设环境友好型社会的要求,是一种可持续发展的体系;

[0033] 2、本发明的浸金剂体系兼具良好的氧化性和配位能力,能浸出金、钯、铂、铑等贵金属,在使用时不需要外加氧化剂;

[0034] 3、本发明的浸金剂体系使用的离子液体可回收使用,大大降低了成本;

[0035] 4、本发明的浸金剂可以在低温下进行冶金处理,条件温和,整体能耗低;

[0036] 5、本发明浸金剂的浸金速度快且具有高提取率。

(四) 具体实施方式

[0037] 下面用具体实例来说明本发明。有必要指出的是,实施例只对于本发明进行进一步说明,但不能理解为对本发明保护范围的限制,本发明不以任何方式局限于此。该领域技术熟练的人员可以根据上述发明的内容做出一些非本质的改进和调整。

[0038] 本发明实施例使用的1-甲基-3-(4-二乙酰氧基碘苯甲基)咪唑四氟硼酸盐采用实施例1的方法制备:

[0039] 实施例1

[0040] 1.将10g 4-碘苯甲基溴与3g 1-甲基咪唑混合,溶剂为乙腈(60ml),加热回流16h,冷却后液体加入120ml 乙醚沉淀,过滤得到1-甲基-3-(4-碘苯甲基)咪唑溴盐,溶解在60ml 水中,加入5.5g 四氟硼酸钠(溶于20ml 水中),沉淀,过滤得到1-甲基-3-(4-碘苯甲基)咪唑四氟硼酸盐。

[0041] 2.12ml 醋酸酐一次性加入21ml 双氧水(30%)中,缓慢加热,在40℃下反应4小时得到含过氧乙酸溶液。

[0042] 3.1-甲基-3-(4-碘苯甲基)咪唑四氟硼酸盐缓慢加入到含过氧乙酸溶液中进行氧化,加热回流16h,旋蒸去除溶剂,加入丙酮,刮擦静置,得到1-甲基-3-(4-二乙酰氧基碘苯甲基)咪唑四氟硼酸盐([dibmim][BF₄])。

[0043] 实施例2

[0044] [dibmim][BF₄]、1-己基-3-甲基咪唑氯盐和水按物质的量1:3:25,取2.4g 1-己基-3-甲基咪唑氯盐、2g [dibmim][BF₄]和1.8ml 水在室温下混合均匀,得到4.3ml 溶液,加入0.003g 金粉继续搅拌,4分钟金粉溶解完全,用原子吸收光谱仪测定溶液Au浓度为697.67ug/ml,计算得溶金率为100%。

[0045] 实施例3

[0046] [dibmim][BF₄]、1-己基-3-甲基咪唑氯盐和水按物质的量1:3:50,取2.4g 1-己基-3-甲基咪唑氯盐、2g [dibmim][BF₄]和3.6ml 水在室温下混合均匀,得到6.0ml 溶液,加入0.003g 金粉继续搅拌,5分钟金粉溶解完全,用原子吸收光谱仪测定溶液Au浓度为499.8ug/ml,计算得溶金率为100%。

[0047] 实施例4

[0048] [dibmim][BF₄]、1-己基-3-甲基咪唑氯盐和水按物质的量1:2:50,取1.6g 1-己基-3-甲基咪唑氯盐、2g [dibmim][BF₄]和3.6ml 水在室温下混合均匀,得到5.6ml 溶液,加入0.003g 金粉继续搅拌,5分钟金粉溶解完全,用原子吸收光谱仪测定溶液Au浓度为535.7ug/ml,计算得溶金率为100%。

[0049] 实施例5

[0050] [dibmim][BF₄]、1-己基-3-甲基咪唑氯盐和水按物质的量1:2:25,取1.6g 1-己基-3-甲基咪唑氯盐、2g [dibmim][BF₄]和1.8ml 水在室温下混合均匀,得到3.7ml 溶液,加入0.003g 金粉继续搅拌,4分钟金粉溶解完全,用原子吸收光谱仪测定溶液Au浓度为810.8ug/ml,计算得溶金率为100%。

[0051] 实施例6

[0052] [dibmim][BF₄]、1-己基-3-甲基咪唑氯盐和水按物质的量1:3:25,取2.4g 1-己基-3-甲基咪唑氯盐、2g[dibmim][BF₄]和1.8ml水在室温下混合均匀,得到4.3ml溶液,加入1g金矿颗粒(品味为40g/t)持续搅拌3h,用原子吸收光谱仪测定溶液Au浓度为9.3ug/ml,计算得提取率为100%。

[0053] 实施例7

[0054] [dibmim][BF₄]、1-己基-3-甲基咪唑氯盐和水按物质的量1:2:50,取1.6g 1-己基-3-甲基咪唑氯盐、2g[dibmim][BF₄]和3.6ml水在室温下混合均匀,得到5.6ml溶液,加入1g金矿颗粒(品味为40g/t)持续搅拌3h,用原子吸收光谱仪测定溶液Au浓度为7.1ug/ml,计算得提取率为99.4%。

[0055] 实施例8

[0056] [dibmim][BF₄]、四丁基氯化膦和水按物质的量1:3:25,取3.5g四丁基氯化膦、2g[dibmim][BF₄]和1.8ml水在室温下混合均匀,得到5.5ml溶液,加入0.003g金粉继续搅拌,4分钟金粉溶解完全,用原子吸收光谱仪测定溶液Au浓度为545.4ug/ml,计算得溶金率为100%。

[0057] 实施例9

[0058] [dibmim][BF₄]、四丁基氯化膦和水按物质的量1:3:50,取3.5g四丁基氯化膦、2g[dibmim][BF₄]和3.6ml水在室温下混合均匀,得到7.3ml溶液,加入0.003g金粉继续搅拌,4分钟金粉溶解完全,用原子吸收光谱仪测定溶液Au浓度为410.9ug/ml,计算得溶金率为100%。

[0059] 实施例10

[0060] [dibmim][BF₄]、四丁基氯化膦和水按物质的量1:2:50,取2.3g四丁基氯化膦、2g[dibmim][BF₄]和1.8ml水在室温下混合均匀,得到6.1ml溶液,加入0.003g金粉继续搅拌,4分钟金粉溶解完全,用原子吸收光谱仪测定溶液Au浓度为491.8ug/ml,计算得溶金率为100%。

[0061] 实施例11

[0062] [dibmim][BF₄]、四丁基氯化膦和水按物质的量1:2:25,取2.3g四丁基氯化膦、2g[dibmim][BF₄]和3.6ml水在室温下混合均匀,得到4.3ml溶液,加入0.003g金粉继续搅拌,4分钟金粉溶解完全,用原子吸收光谱仪测定溶液Au浓度为697.7ug/ml,计算得溶金率为100%。

[0063] 实施例12

[0064] [dibmim][BF₄]、四丁基氯化膦和水按物质的量1:3:25,取3.5g四丁基氯化膦、2g[dibmim][BF₄]和1.8ml水在室温下混合均匀,得到5.5ml溶液,加入1g金矿颗粒(品味为40g/t)持续搅拌3h,用原子吸收光谱仪测定溶液Au浓度为7.2ug/ml,计算得提取率为99%。

[0065] 实施例13

[0066] [dibmim][BF₄]、四丁基氯化膦和水按物质的量1:3:50,取3.5g四丁基氯化膦、2g[dibmim][BF₄]和3.6ml水在室温下混合均匀,得到7.3ml溶液,加入1g金矿颗粒(品味为40g/t)持续搅拌3h,用原子吸收光谱仪测定溶液Au浓度为5.4ug/ml,计算得提取率为98.5%。

[0067] 实施例14

[0068] [dibmim][BF₄]、1-己基-3-甲基咪唑氯盐和水按物质的量1:3:25,取2.4g 1-己基-3-甲基咪唑氯盐、2g[dibmim][BF₄]和1.8ml水在室温下混合均匀,得到4.3ml溶液,加入0.003g钯粉继续搅拌,3分钟钯粉溶解完全,用原子吸收光谱仪测定溶液Pd浓度为697.7ug/ml,计算得溶金率为100%。

[0069] 实施例15

[0070] [dibmim][BF₄]、1-己基-3-甲基咪唑氯盐和水按物质的量1:3:25,取2.4g 1-己基-3-甲基咪唑氯盐、2g[dibmim][BF₄]和1.8ml水在室温下混合均匀,得到4.3ml溶液,加入0.003g铂粉继续搅拌,3分钟铂粉溶解完全,用原子吸收光谱仪测定溶液Pt浓度为697.5ug/ml,计算得溶金率为100%。

[0071] 实施例16

[0072] [dibmim][BF₄]、1-己基-3-甲基咪唑氯盐和水按物质的量1:3:25,取2.4g 1-己基-3-甲基咪唑氯盐、2g[dibmim][BF₄]和1.8ml水在室温下混合均匀,得到4.3ml溶液,加入0.003g铑粉继续搅拌,3分钟铑粉溶解完全,用原子吸收光谱仪测定溶液Rh浓度为696.5ug/ml,计算得溶金率为99.8%。

[0073] 实施例17

[0074] [dibmim][BF₄]、1-己基-3-甲基咪唑氯盐和水按物质的量1:3:25,取2.4g 1-己基-3-甲基咪唑氯盐、2g[dibmim][BF₄]和1.8ml水在室温下混合均匀,得到4.3ml溶液,加入0.003g金粉继续搅拌,4分钟金粉溶解完全,用原子吸收光谱仪测定溶液Au浓度为697.67ug/ml,计算得溶金率为100%。继续搅拌,加入43ml水进行沉淀,分离固体和清液。固体用5ml 0.1g/ml的甲酸溶液于30℃进行还原3小时,过滤得到单质贵金属。清液蒸去溶剂得到3ml,补加1.3ml水,得到回收离子液体1。回收离子液体1中加入0.003g金粉搅拌,用原子吸收光谱仪测定溶液Au浓度为697.3ug/ml,计算得溶金率为99.9%。加入43ml水进行沉淀,分离固体和清液。固体用5ml0.1g/ml的甲酸溶液进行还原。清液蒸去溶剂得到2.8ml,补加1.5ml水得到4.3ml回收离子液体2。回收离子液体2中加入0.003g金粉搅拌,用原子吸收光谱仪测定溶液Au浓度为697.3ug/ml,计算得溶金率为99.9%。加入43ml水进行沉淀,分离固体和清液。固体用5ml0.1g/ml的甲酸溶液进行还原。清液蒸去溶剂得到3.1ml,补加1.2ml水,得到回收离子液体3。回收离子液体3中加入0.003g金粉搅拌,用原子吸收光谱仪测定溶液Au浓度为697.1ug/ml,计算得溶金率为99.9%。

[0075] 实施例18

[0076] [dibmim][BF₄]、四丁基氯化磷和水按物质的量1:3:25,取3.5g四丁基氯化磷、2g[dibmim][BF₄]和1.8ml水在室温下混合均匀,得到5.5ml溶液,加入0.003g金粉继续搅拌,4分钟金粉溶解完全,用原子吸收光谱仪测定溶液Au浓度为545.4ug/ml,计算得溶金率为100%。继续搅拌,加入43ml水进行沉淀,分离固体和清液。固体用5ml0.1g/ml的甲酸溶液进行还原。清液蒸去溶剂得到4ml,补加1.5ml水,得到回收离子液体1。回收离子液体1中加入0.003g金粉搅拌,用原子吸收光谱仪测定溶液Au浓度为545.4ug/ml,计算得溶金率为100%。加入43ml水进行沉淀,分离固体和清液。固体用5ml0.1g/ml的甲酸溶液进行还原。清液蒸去溶剂得到4.2ml,补加1.3ml水得到5.5ml回收离子液体2。回收离子液体2中加入0.003g金粉搅拌,用原子吸收光谱仪测定溶液Au浓度为545.0ug/ml,计算得溶金率为99.9%。加入43ml水进行沉淀,分离固体和清液。固体用5ml0.1g/ml的甲酸溶液进行还原。

清液蒸去溶剂得到4ml,补加1.5ml水得到5.5ml回收离子液体3。回收离子液体3中加入0.003g金粉搅拌,用原子吸收光谱仪测定溶液Au浓度为545.3ug/ml,计算得溶金率为100%。加入43ml水进行沉淀,分离固体和清液。固体用5ml 0.1g/ml的甲酸溶液进行还原。清液蒸去溶剂得到4.3ml,补加1.2ml水得到5.5ml回收离子液体4。回收离子液体4中加入0.003g金粉搅拌,加入0.003g金粉溶解,用原子吸收光谱仪测定溶液Au浓度为544.9ug/ml,计算得溶金率为99.9%。

[0077] 实施例19

[0078] [dibmim][BF₄]、1-己基-3-甲基咪唑氯盐和水按物质的量1:3:25,取2.4g 1-己基-3-甲基咪唑氯盐、2g [dibmim][BF₄]和1.8ml水在室温下混合均匀,得到4.3ml溶液,加入1g金矿颗粒(品味为40g/t)持续搅拌3h,用原子吸收光谱仪测定溶液Au浓度为9.3ug/ml,计算得提取率为100%。滤去矿石颗粒,滤液中加入43ml水进行沉淀,分离固体和清液,固体用0.05ml 0.1g/ml的甲酸溶液进行还原。清液蒸去溶剂得到3ml,补加1.3ml水得到4.3ml回收离子液体1。回收离子液体1中加入1g金矿颗粒(品味为40g/t)持续搅拌3h,用原子吸收光谱仪测定溶液Au浓度为9ug/ml,计算得提取率为96.75%。滤去矿石颗粒,滤液中加入43ml水进行沉淀,分离固体和清液,固体用0.05ml 0.1g/ml的甲酸溶液进行还原。清液蒸去溶剂得到3.2ml,补加1.1ml水得到4.3ml回收离子液体2。回收离子液体2中加入1g金矿颗粒(品味为40g/t)持续搅拌3h,用原子吸收光谱仪测定溶液Au浓度为9.2ug/ml,计算得提取率为98.9%。

[0079] 对比例1:单独使用[dibmim][BF₄]浸金

[0080] [dibmim][BF₄]和水按物质的量1:50,取2g [dibmim][BF₄]和3.6ml水在室温下混合均匀,得到4ml溶液,加入0.003g金粉继续搅拌,5分钟金粉溶解完全,用原子吸收光谱仪测定溶液Au浓度为1.9ug/ml,计算得溶金率为0.25%。

[0081] 对比例2:单独使用1-己基-3-甲基咪唑氯盐浸金

[0082] 1-己基-3-甲基咪唑氯盐和水按物质的量3:50,取2.4g 1-己基-3-甲基咪唑氯盐和3.6ml水在室温下混合均匀,得到5.6ml溶液,加入0.003g金粉继续搅拌,5分钟金粉溶解完全,用原子吸收光谱仪测定溶液Au浓度为23.8ug/ml,计算得溶金率为3.18%。

[0083] 对比例3:单独使用四丁基氯化磷浸金

[0084] 四丁基氯化磷和水按物质的量3:50,取3.5g四丁基氯化磷和3.6ml水在室温下混合均匀,得到5.8ml溶液,加入0.003g金粉继续搅拌,4分钟金粉溶解完全,用原子吸收光谱仪测定溶液Au浓度为12.2ug/ml,计算得溶金率为2.36%。

[0085] 对比例3:三丁基一甲基氯化铵+[dibmim][BF₄]浸金

[0086] [dibmim][BF₄]、三丁基一甲基氯化铵和水按物质的量1:2:25,取1.6g三丁基一甲基氯化铵、2g [dibmim][BF₄]和1.8ml水在室温下混合均匀,得到3.7ml溶液,加入0.003g金粉继续搅拌,4分钟后,用原子吸收光谱仪测定溶液Au浓度为729.7ug/ml,计算得溶金率为90%。

[0087] 对比例4:1-己基-3-甲基咪唑溴盐+[dibmim][BF₄]浸金

[0088] [dibmim][BF₄]、1-己基-3-甲基咪唑溴盐和水按物质的量1:2:25,取1.6g 1-己基-3-甲基咪唑溴盐、2g [dibmim][BF₄]和1.8ml水在室温下混合均匀,得到3.7ml溶液,加入0.003g金粉继续搅拌,4分钟后,用原子吸收光谱仪测定溶液Au浓度为697.2ug/ml,计算得

溶金率为86%。

[0089] 对比例5:1-己基-3-甲基咪唑双氰胺盐+[dibmim][BF₄]浸金

[0090] [dibmim][BF₄]、三丁基一甲基双氰胺盐和水按物质的量1:2:25,取1.6g-己基-3-甲基咪唑双氰胺盐、2g[dibmim][BF₄]和1.8ml水在室温下混合均匀,得到3.7ml溶液,加入0.003g金粉继续搅拌,4分钟后,用原子吸收光谱仪测定溶液Au浓度为713.5ug/ml,计算得溶金率为88%。