

**МИНИСТЕРСТВО ВЫСШЕГО И СРЕДНЕГО
СПЕЦИАЛЬНОГО ОБРАЗОВАНИЯ
РЕСПУБЛИКИ УЗБЕКИСТАН**

**ТАШКЕНТСКИЙ ГОСУДАРСТВЕННЫЙ ТЕХНИЧЕСКИЙ
УНИВЕРСИТЕТ ИМЕНИ ИСЛАМА КАРИМОВА**

МЕТАЛЛУРГИЯ БЛАГОРОДНЫХ МЕТАЛЛОВ

Методические указания к лабораторным работам

Ташкент - 2018

УДК 669.21

Методические указания к лабораторным работам "Металлургия благородных металлов". Сост.: **Маткаримов С.Т., Худояров С.Р., Носирхужаев С.К.**—Ташкент: ТашГТУ, 2018.-32 с.

В данные методические указания включены лабораторные работы по следующим разделам: отражающие формы нахождения золота и серебра в рудах, их физико-химические свойства и основные процессы в современной металлургии золота в лабораторных условиях кафедры. Отражены способы сорбционного выделения золота из растворов на углях, ионообменных смолах, приведены работы по переработке золотосодержащих осадков.

Печатаются по решению научно-методического совета ТашГТУ.

Рецензенты:

д.т.н., проф. **Якубов М.М.** (ГУП «Фан ва тараккиет»)
к.т.н., доц. **Валиев Х.Р.** (ТашГТУ)

© Ташкентский государственный технический университет, 2018

Лабораторная работа № 1

Определение удельного веса золотосодержащих руд и концентратов

Цель работы: приобретение навыков по изучению физических свойств минералов, руд и концентратов.

На лабораторные работы отведены 2 часа;

- проведение инструктажа по ТБ при выполнении лабораторной работы. Ознакомление с работой и лабораторной установкой, снятие исходных показателей до заданной температуры, выполнение лабораторной работы. Обработка полученных данных, оформление и сдача отчета.

Краткие теоретические сведения

Вследствие своей химической инертности золото находится в рудах почти исключительно в виде самородного металла. Химический состав частиц самородного золота переменный с вариациями в довольно широких пределах, но обычно с преобладанием золота. Типичные примеси в самородном золоте — серебро, медь, железо; в малых количествах присутствуют мышьяк, висмут, теллур, селен и другие элементы. Содержание золота в зернах самородного металла составляет 75—90 % (чаще всего около 85 %), серебра — 1 — 10 % (иногда до 20 % и даже 40 %), железа и меди — до 1 %. В медных рудах иногда встречается медистое золото, в медно-никелевых рудах — палладистое, платинистое, родистое золото.

Из минералов, являющихся химическими соединениями, известны теллуриды золота (калаверит AuTe_2 , силъванит AuAgTe_4 , креннерит AuAgTe_2 , петцит Ag_3AuTe_2 и др.), а также аурустибит AuSb_2 .

Из всех известных минеральных форм золота (свыше 20) основное промышленное значение имеет самородное золото. Остальные минералы встречаются редко.

Как и золото, серебро встречается в природе в самородном состоянии. Однако значительно чаще оно находится в рудах

в форме минералов, представляющих собой химические соединения, что обусловлено большей химической активностью этого металла по сравнению с золотом.

Известно свыше 60 минералов серебра, которые можно разделить на следующие основные группы:

- 1) самородное серебро и природные сплавы серебра с золотом (кюстелит, злектрум);
- 2) сульфиды, например, аргентит Ag_2S , шромейерит AgCuS ;
- 3) сульфосоли, например, пираргирит Ag_3SbS_3 , прустит Ag_3AsS_3 , стефанит Ag_5SbS_4 и др.;
- 4) антимониды и арсениды, например, дискразит Ag_3Sb ;
- 5) теллуриды и селиниды: гессит Ag_2Te , науманнит Ag_2Se , петцит Ag_3AuTe_2 и др.;
- 6) галоиды и сульфаты: кераргирит AgCl , аргентоярозит $\text{AgFe}_3(\text{OH})_6(\text{SO}_4)_2$ и др.

Наиболее важными минералами серебра, имеющими промышленное значение, являются самородное серебро и его природные сплавы с золотом, аргентит, прустит, кераргирит. Кроме того, серебро часто присутствует в сульфидных рудах цветных металлов как примесь в галените PbS и других минералах.

Оснащение рабочего места

В данной работе используются следующие приборы и материалы:

- 1) пикнометр;
- 2) минералы, материалы - измельченные до крупности зерен 1-2 мм (5 г);
- 3) дистиллированная вода- 1 л.;
- 4) пипетки – 1,5,10 мл.;
- 5) аналитические весы с разновесами;
- 6) сушильная печь.

Последовательность и методика выполнения работы

Удельная масса минералов является основной характеристикой, определяющей порядок их разделения в гравитационном поле.

В обоганительной практике определение удельной массы производят путем взвешивания на аналитических весах отдельных кусков минералов (монокристаллов) в воздухе и в воде с точностью до 0,01-0,02 г. или навески порошков минералов с помощью пикнометра или небольшой мерной колбы (10-15 мл).

Зная вес монокристалла в воздухе и воде, удельный вес монокристалла, интересующего нас минерала рассчитывают по формуле:

$$\delta = \frac{\text{вес минерала}}{\text{разница весов в воздухе и воде}} = \frac{q}{q - q_1}$$

Так как отбор монокристаллов минералов в исследуемой пробе руды не всегда представляется возможным, то для определения удельного веса минералов используют порошки крупностью 1-2 мм.

Таким методом можно определить удельные массы любого материала (руды, концентрата и т.д.).

Перед опытом пикнометр емкостью 10 мл промывают, высушивают в сушильном шкафу и взвешивают. После определения веса пикнометра находят вес пикнометра с водой, для чего пикнометр при помощи пипетки заполняют до метки дистиллированной водой.

Далее пикнометр вновь высушивают, высыпают в него навеску минерала около 5-10 г и определяют вес пикнометра с материалом. Затем пикнометр с порошком минерала заливают примерно на две трети дистиллированной водой. Для удаления пузырьков воздуха из порошков пикнометр некоторое время переворачивают и встряхивают. Если минерал полностью смочен водой, то выделение пузырьков не наблюдается и в пикнометр

можно долить дистиллированной воды до метки. Определив вес пикнометра с водой и минералом, по формуле определяют удельную массу:

$$\delta = \frac{A - B}{(A + C) - (D + B)}, \quad \text{г/см}^3$$

где А - вес пикнометра с материалом, г;

В - вес пикнометра, г;

С - вес пикнометра с водой, г;

Д - вес пикнометра с водой и материалом, г.

Полученные результаты взвешивания пикнометра (значение А,В,С,Д) подставляют в формулу и вычисляют удельную массу минералов. Результаты опытов сводятся в табл.1.1.

Таблица 1.1

№ опытов	Наименование минерала (материала)	Удельная масса, г/см ³		Разница, %
		Определенная опытом	По справочнику	

Контрольные вопросы

1. Какие типа месторождений характерны для золота и серебра.
2. С какими минералами наиболее часто ассоциировано в месторождениях золото? Напишите их формулы.
3. Каково промышленное содержание драгоценных металлов в сырьевых источниках? Минимальное, максимальное.
4. Назовите основные природные соединения и минералы благородных металлов. Напишите формулы минералов.

Лабораторная работа № 2

Изучение операций подготовки золотосодержащих руд к обогащению и гидрометаллургической переработке

Цель работы: приобретение навыков в изучении дробления и измельчения руд и знакомство с конструкциями дробильных и измельчительных аппаратов.

Краткие теоретические сведения

Задача операций дробления и измельчения — полное или частичное раскрытие зерен золотосодержащих минералов, в основном, частиц самородного золота, и приведение руды в состояние, обеспечивающее успешное протекание последующих обогатительных и гидрометаллургических процессов.

Операции дробления и особенно тонкого измельчения энергоемки, и расходы на них составляют значительную долю общих затрат на переработку руды (от 40 до 60 %). Поэтому нужно иметь в виду, что измельчение всегда нужно заканчивать на той стадии, когда благородные металлы окажутся достаточно вскрытыми для окончательного их извлечения или для промежуточной их концентрации.

Поскольку основной прием извлечения золота и серебра для большинства руд — гидрометаллургические операции, то необходимая степень измельчения должна обеспечить возможность контакта растворов с раскрытыми зернами золотых и серебряных минералов. Достаточность вскрытия этих минералов для данной руды обычно определяется предварительными лабораторными технологическими испытаниями по извлечению благородных металлов. Для этого пробы руды подвергают технологической обработке после различной степени измельчения с одновременным определением извлечения золота и сопутствующего ему серебра. Чем тоньше вкрапленность золота, тем глубже должно быть измельчение. Для руд с крупным золотом обычно бывает достаточно грубого измельчения (90% класса - 0,4 мм). Но поскольку в большинстве

руд наряду с крупным золотом присутствует и мелкое, то чаще всего руды измельчают более тонко (до - 0,074 мм). В отдельных случаях руду приходится подвергать еще более тонкому измельчению (до 0,044 мм).

В промышленности для дробления применяются дробилки:

- щековые, работающие по принципу «раздавливание»,
- конусные - по принципу «раздавливание и истирание».

Для измельчения – мельницы:

- шаровые, работающие по принципу «стесненный удар»;

- самоизмельчающие мельницы, работающие по принципу «свободный удар». Кроме того, имеются различные виды мельниц, в том числе «молотковые».

Оснащение рабочего места

В данной работе используются следующие приборы и материалы:

- 1) пробы руды различной крупности из различных месторождений (3 пробы по 1 кг);
- 2) набор сит;
- 3) лабораторная щековая дробилка;
- 4) лабораторная шаровая мельница;
- 5) приемники исходного и измельченного материала, совок и др.

Последовательность и методика выполнения работы

Работа выполняется в следующем порядке:

1. При помощи комплекта сит определяется крупность исходной руды. Руда с известным гранулометрическим составом загружается в загрузочное отверстие щековой дробилки. На наборе сит определяется гранулометрический состав дроблёного продукта и степень дробления. Степень дробления (i) отношение максимального размера куска исходной руды ($D_{\max}$) к максимальному размеру куска дробленной руды ($d_{\max}$).

$$i = D_{\max}/d_{\max}$$

2. Дробленый продукт с известным гранулометрическим составом пропускается через измельчительный аппарат, в нашем случае лабораторная шаровая мельница. Измельчение проводят в течение 20 минут, останавливают мельницу, выгружают руду из мельницы и определяют гранулометрический состав и степень измельчения. Определение степени измельчения проводится аналогично определению степени дробления (п.1).

Обработка результатов

Определённый гранулометрический состав продуктов дробления и измельчения, и определённые расчётным путём степени дробления и измельчения заносятся в табл. 2.1.

Таблица 2.1

Результаты дробления на лабораторной щековой дробилке

Руда (тип, название, месторождения)	Исходная крупность, $D_{\max}$, мм	Конечная крупность $d_{\max}$, мм	Степень дробления, i

Таблица 2

Результаты измельчения на лабораторной шаровой мельнице

Руда (тип, название, месторождения)	Исходная крупность, $D_{\max}$, мм	Конечная крупность $d_{\max}$, мм	Степень измельчения, i

Контрольные вопросы

- 1) Перечислите основные виды дробильных установок?
- 2) Основной агрегат для измельчения?

Лабораторная работа № 3

Извлечение золота на концентрационном столе

Цель работы: приобретение навыков в проведении опытов на действующем концентрационном столе.

Краткие теоретические сведения

Благородные металлы характеризуются высокой плотностью, намного превышающей плотность минералов вмещающей породы. Поэтому для извлечения самородных благородных металлов из руд эффективны гравитационные процессы.

В большинстве золотосодержащих руд содержится определенное количество крупного свободного золота (+0,1) мм, которое плохо извлекается не только флотационным обогащением, но и при гидрометаллургической переработке. Поэтому предварительное выделение его гравитационным обогащением в начале технологического процесса позволяет снизить потери золота с отвальными хвостами и выделить часть его в виде быстро реализуемого золотосодержащего концентрата.

В современной практике извлечения золота из руд коренных месторождений применяют следующие основные аппараты для гравитационного обогащения: отсадочные машины, шлюзы с мягким покрытием, концентрационные столы, барабанные концентраторы, короткоконусные гидроциклоны.

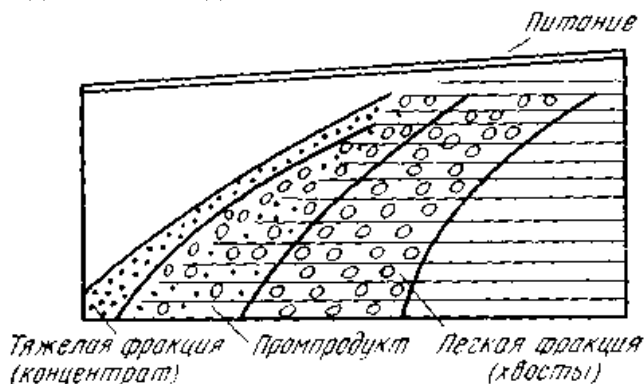
Извлечение золота на концентрационных столах. Как правило, черновые гравиоконцентраты подвергаются дополнительной доводке (перечистке). Для этой цели чаще всего используют концентрационные столы.

Обогащение (концентрация) на столах — это процесс разделения минеральных частиц по плотности в тонком слое воды, текущей по слабонаклонной плоскости (деке), совершающей возвратно-поступательное движение в горизонтальной плоскости в направлении, перпендикулярном направлению движения воды.

Дека концентрационного стола обычно выполнена в виде трапеции или параллелограмма (диагональная) и имеет регулируемый поперечный наклон. На поверхности деки закрепляются продольные планки (рифли).

Минеральные частицы, поступившие на стол, подвергаются воздействию сил, сообщаемых приводом, смывному действию воды, текущей тонким слоем по уклону поперек деки, и силы тяжести. Под действием силы тяжести частицы оседают на поверхности деки и под влиянием сотрясений деки в межрифлевом пространстве происходит расслоение материала. Мелкие тяжелые частицы оказываются внизу, поверх них ложатся крупные тяжелые и мелкие легкие частицы, а на самом верху — крупные легкие.

Основными технологическими параметрами концентрационных столов являются частота колебаний и ход деки, угол наклона, тип парифления, производительность, разжижение питания, расход смывной воды.



Основным достоинством концентрационных столов является то, что они позволяют получать богатые концентраты при высоком извлечении золота. Однако, поскольку обогащение на столах осуществляется в тонком слое воды, производительность этих аппаратов низкая. Поэтому на золотоизвлекательных фабриках концентрационные столы применяют только в качестве

перечистных аппаратов, как правило, для перечистки концентраторов отсадочных машин.

Оснащение лабораторной работы

В данной работе используются следующие приборы и материалы:

- 1) концентрационный стол;
- 2) линейка;
- 3) кисточки;
- 4) клеёнки;
- 5) промывалка;
- 6) совок;
- 7) фильтровальная бумага;
- 8) мерный цилиндр емкостью 50, 100, 250 мл.

Последовательность и методика выполнения работы

Прежде всего с помощью счетчика по частоте вращения приводного шкива стола проверяют число качаний стола, которое должно быть равным 275-325 в 1 мин. Величину хода стола порядка 10-16мм проверяют следующим образом: сбоку к деке стола прикрепляют карандаш острием вниз, пускают стол; под карандаш подводят и неподвижно устанавливают листок бумаги так, чтобы карандаш прочертил на нем линию, повторив эту операцию несколько раз, измеряют полученные отрезки. Средне-арифметическое из длины отрезков равно длине хода стола. Если этот листок двигать перпендикулярно направлению движения стола в течение отрезка времени, отмеченного секундомером, то число вершин зигзагов с одной стороны равно числу ходов стола за время, отмеченное секундомером.

При лабораторных испытаниях ход стола должен быть таким, чтобы было обеспечено заметное продвижение всех частиц в направлении к разгрузочному концу стола. Для проверки этого всю деку стола смачивают водой, наносят на нее небольшое количество испытуемого материала и наблюдают характер переме-

щения всех частиц (все частицы должны быть в воде). Если некоторые частицы задерживаются или перемещаются очень медленно, то ход стола увеличивают и снова проверяют движение частиц. Если перемещение частиц происходит слишком энергично, ход стола убавляют.

Таким образом составляют техническую характеристику стола;

- число качаний деки;
- величина хода;
- угол наклона деки стола.

После снятия характеристики деки тщательно промывают деку водой и очищают щеткой, направляя все загрязнения к разгрузочному концу. Потом промывают приемные желоба для концентратов и хвостов, устанавливают одну приемную коробку под разгрузочный конец для концентрата и другую - под разгрузочную сторону для хвостов.

После получения технической характеристики стола начинают выполнение работы. Группы студентов должны выполнять одну из серий опытов по указанию преподавателя. Серия должна включать минимум три опыта, изменение одного из факторов производят при постоянстве всех других.

Сначала подается вода в количестве, достаточном для покрытия тонким слоем всей поверхности стола. После начинают загрузку материала в загрузочную коробку. Каждый опыт производят с навеской руды по 1 кг.

Наблюдая за образованием веера на столе, регулируют наклон и количество воды в средней и концевой части стола. Наклон регулируют так, чтобы граница крупнозернистой фракции хвостов попадала в первый хвостовой приемник.

Пропустив весь материал, несколько уменьшают наклон стола и щеткой смывают осевший на деке материал, не останавливая стола. Смыв весь материал, стол останавливают, каждую из полученных фракций обезвоживают, сушат и анализируют после взвешивания на содержание ценного компонента.

Полученные результаты вносим в таблицу 3.1.

Таблица 3.1

Продукты	$\gamma, \%$		$\beta, \%$		$\varepsilon, \%$	
	гр.	%	гр.	%	гр.	%
Концентрат						
Хвосты						
Исходная руда						

где

γ - выход продукта;

β - содержание ценного компонента в продуктах;

ε - извлечение ценного компонента из продуктов.

По результатам 3-х опытов при исследовании зависимости извлечения ценного компонента от каких-то факторов строится график обогатимости руды.

Для этого по оси абсцисс откладывается значение влияющего фактора, а по оси ординат - степень извлечения металла.

Контрольные вопросы

1. В каких аппаратах осуществляются гравитационные методы обогащения руд?
2. Какие руды обогащаются методом гравитации?
3. Конструкция и принцип работы концентрационного стола.
4. Каким образом определяют число качаний деки? Величины хода деки.
5. Последовательность операций, проводимых при выполнении работы.
6. Влияние угла наклона на эффективность обогащения.
7. Влияние крупности обогащаемого материала на результаты обогащения.
8. От каких факторов зависит расход воды на столе?

Лабораторная работа № 4

Изучение способа магнитной сепарации в обогащении золотосодержащих руд

Цель работы: приобретение навыков проведения магнитной сепарации для выделения магнитной фракции из золотосодержащих рудных концентратов.

Краткие теоретические сведения

Как известно, наряду с флотационными методами разделения минералов цветных металлов от пустой породы используется и магнитное обогащение. Магнитная сепарация минералов основана на различии магнитных свойств (магнитной восприимчивости) минералов и пустой породы.

При выборе способов обогащения золотосодержащих руд необходимо учитывать магнитные свойства золота. Само золото не обладает магнитными свойствами, но самородное золото может иметь значительную магнитную восприимчивость, что может объяснить наличие в нём железа. Железо является практически постоянной примесью самородного золота. Наиболее распространено золото с микропримесью железа 0,01 – 0,3 %. Магнитные свойства золота многих месторождений объясняются содержанием в нём железа в виде микроскопических включений магнетита, с поверхностными плёнками с высоким содержанием железа, приповерхностными магнитными включениями магнетита и других магнитных минералов. Самородное золото с магнитными свойствами характеризуется как ферромагнитный материал.

В целом магнитные свойства золота обусловлены:

- содержанием магнитных минералов в виде вкраплений;
- наклёпом на поверхности золотины магнитных частиц (скрап, магнетит);
- плёнками гидроксидов железа;
- сростками магнитных минералов с золотом;

- включениями магнитных минералов в частицу золота;
- «магнитным» золотом без видимых чужеродных включений.

Для магнитного обогащения разработаны различные конструкции магнитных сепараторов, которые классифицируются:

1. По напряженности электромагнитного поля: до 1600 э (э - эрстед), используется для сильномагнитных руд; от 1600 до 4000 э - для руд средней магнитности; от 4000 до 12000-14000 э - для слабомагнитных руд.

2. По качеству среды: в качестве среды, в которой осуществляется процесс разделения минералов по магнитным свойствам, применяется либо воздух (сухое магнитное обогащение), либо вода (мокрое магнитное обогащение).

Оснащение рабочего места

- 1) Руда, измельченная до крупности -0,1 мм.;
- 2) весы;
- 3) сушильная печь;
- 4) магнитный анализатор СЭМ-1;
- 5) стеклянные стаканы.

Магнитный анализатор СЭМ-1 (рис.4.1) предназначен для исследования вещественного состава, обогатимости, контроля работы магнитных сепараторов. Он используется для обогащения сильномагнитных минералов.

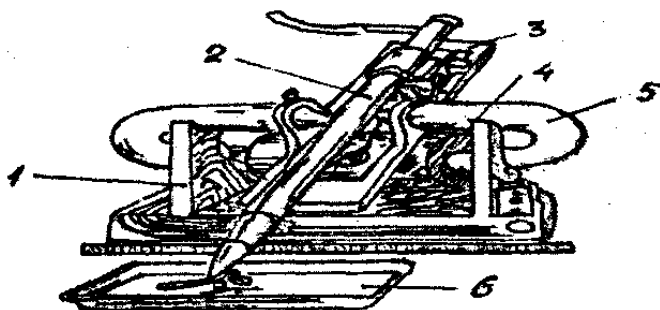


Рис.4.1. Трубчатый магнитный анализатор СЭМ-1:
1-станина, 2-стеклянная трубка, 3-салазки, 4-катушка, 5-магнитная скоба, 6-приемная чашка.

Аппарат состоит из электромагнитной системы, питаемой постоянным током, в зазоре между полюсами располагается стеклянная трубка, заполненная водой и анализируемой пробой. Расстояние между полюсами может меняться, сила тока в обмотках регулируется автотрансформатором, вмонтированным в прибор.

Трубка с пробой приводится в возвратно-поступательное движение с помощью электромотора. Такое движение позволяет отмывать задержанную между полюсами магнитную фракцию от немагнитных частиц.

Напряженность магнитного поля анализатора можно устанавливать от 0 до 10000 э с помощью установки нужной силы тока и расстояния между полюсами. Максимально допустимый ток равен 2 а.

Последовательность и методика выполнения работы

Стеклянная трубка заполняется водой выше уровня полюсов. Устанавливается минимальный зазор между полюсами. Включается ток в обмотке магнита таким образом, чтобы стрелка амперметра установилась на I. В трубку высыпается навеска анализируемого вещества в количестве 10-15 г. Включается привод

трубки. Спустя одну минуту, через трубку пропускают воду. Уровень воды не должен касаться пробы или опускаться ниже ее. Он должен быть всегда выше полюсов. Промывка водой производится до тех пор, пока не будет удалена из трубки вся немагнитная часть пробы. Затем магнитная часть пробы выливается и промывается водой. Для этого отключается ток в магнитах и электромоторе. Жидкость из трубки выпускается в отдельный чистый стакан. Трубка несколько раз промывается водой. Слив собирается в тот же стакан. Таким образом, вся магнитная фракция собирается в стакан. Вода сливается с магнитной фракции, осадок сушится и взвешивается. Сухой остаток сушится в фарфоровой чашке до постоянной массы, затем по полученному весу и весу исходной пробы рассчитывается процентное содержание магнитной части пробы. Результаты расчета заносятся в таблицу.

Обработка результатов

Пример. Исходная навеска руды равна 8 г. Получено 2 г магнитной фракции, содержание магнитного вещества в пробе равно

$$\frac{2 \cdot 100}{8} = 25\%$$

Контрольные вопросы

1. Перечислите основные процессы обогащения.
2. Какие аппараты относятся к гравитационным методам обогащения?
3. На какие группы делятся минералы по электропроводности?

Лабораторная работа № 5

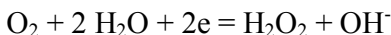
Извлечение золота из растворов сорбцией на активированном угле

Цель работы: ознакомить студентов с одним из методов извлечения золота из растворов.

Краткие теоретические сведения

Обладая высокоразвитой поверхностью, древесные и активированные угли способны адсорбировать благородные металлы из цианистых и тиокарбамидных растворов.

Механизм осаждения благородных металлов на угле с позиций электрохимии объясняется тем, что кислород восстанавливается на угле с образованием перекиси водорода и гидроксильных ионов:



Вследствие поглощения электронов по этой реакции уголь приобретает положительный (или отрицательный) заряд и поэтому адсорбирует отрицательно заряженные комплексные анионы (катионы) золота.

Сорбция благородных металлов на угле в настоящее время редко используется в связи с малой сорбционной емкостью (5-15 кг Au /т угля) и механической непрочностью, хотя имеет ряд преимуществ перед ионообменными смолами (емкость по золоту - 8 - 26 кг Au /т смолы): селективность по золоту, дешевизна, большая скорость процесса сорбции.

Необходимые приборы и материалы

- 1) Золотосодержащий раствор;
- 2) уголь;
- 3) фильтровальная установка;

- 4) муфельная печь;
- 5) установка для перемешивания;
- 6) царская водка;
- 7) соляная кислота (1,19 и 1:1);
- 8) йодистый калий;
- 9) тиосульфат;
- 10) установка для титрования.

Порядок выполнения работы

В тиомочевинный раствор, полученный в работах 2 и 3 (с определенным объемом) вносится навеска активированного угля (марки КАД- йодный, СКГ или БАУ) крупностью 0,1-0,074 мм. Количество угля берут, исходя из следующего соотношения:

Содержание золота в растворе г/т	0,01-0,05	0,05-0,2	0,2-1,0	1,0 и выше
Необходимый объём раствора для пробы, л	5-10	2-3	0,5-1,0	0,2-0,5
Навеска угля, г из расчёта Т6Ж 1: 100	0,5	0,5-1	1-1,5	1

Раствор с активированным углём перемешивается в течение 1 часа. Затем уголь отделяется от раствора фильтрацией, дважды отмывается дистиллированной водой, сушится и сжигается в тигле в муфельной печи. Зола растворяют царской водкой (10-20 мл) и методически переводят золото в AuCl_3 , трижды упаривая соляной кислотой. Количество золота определяют титрованием, йодометрическим методом.

Если имеется возможность определения золота пробирным методом, то по окончании перемешивания раствора с углем в пробу вводят 50 г глета (PbO), энергично взбалтывают и фильтруют.

Осадок угля с глетом сушат вместе с фильтром, смешивают с флюсами и плавят по шихте на железонатриевом шлаке (20 г глета и 5 г окиси железа).

Контрольные вопросы

1. Механизм сорбции благородных металлов на угле .
2. Недостатки и преимущества угля перед смолами.
3. Порядок выполнения работы.
4. Ход анализа.

Лабораторная работа № 6 Процесс сорбционного выщелачивания с использованием анионита АМ-2Б в золотосодержащих рудах

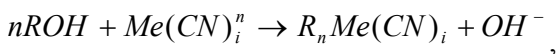
Цель работы: приобрести навыки ведения процессов сорбции и десорбции, уметь самостоятельно анализировать полученные результаты.

Краткие теоретические сведения

В состав промышленных цианистых растворов, помимо дицианаурата, входят ионы: $\text{Ag}(\text{CN})_2^-$, $\text{Cu}(\text{CN})_3^{2-}$, $\text{Cu}(\text{CN})_2^-$, $\text{Zn}(\text{CN})_4^{2-}$, $\text{Ni}(\text{CN})_4^{2-}$, $\text{Fe}(\text{CN})_6^{4-}$, $\text{Co}(\text{CN})_4^{2-}$, CN^- , SCN^- , OH^- , AsO_3^{3-} , AsS_3^{3-} , SbO_3^{2-} и др.

Так как благородные металлы в цианистых и тиомочевинных растворах находятся в виде комплексных анионов и катионов, очевидно, что для сорбции анионного комплекса должны быть использованы аниониты, а для сорбции катионного комплекса катиониты.

Сорбция благородных металлов из цианистых растворов анионообменной смолой может быть представлена следующими реакциями:



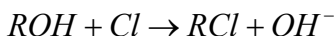
где Me – Au, Ag, Cu, Zn, Ni и др.

R- матрица смолы с закрепленными на ней активными группами;

n- валентность комплексного аниона (значения от 1 до 4);

i - координационное число, равное 2...6.

Перед сорбцией смолы "заряжают", например, в Cl⁻ форму:



В промышленности для сорбции анионного комплекса золота используют бифункциональные смолы макропористой структуры со смешанной основностью (АМ-2Б, АП-2, АД-3 и др.).

Использование ионообменных смол в цианистом процессе может осуществляться сорбцией благородных металлов из:

- 1) осветленных цианистых растворов;
- 2) цианистых пульп после выщелачивания;
- 3) цианистых пульп во время выщелачивания (сорбционное выщелачивание).

В присутствии ионита процесс растворения золота и серебра протекает заметно быстрее и полнее по сравнению с обычным цианированием. Вместе с тем при попутном извлечении золота и серебра можно проводить сорбцию из растворов.

В промышленном масштабе, как правило, проводят процесс сорбционного выщелачивания с помощью непрерывного противоточного выщелачивания в системе нескольких последовательно соединенных аппаратов с пневматическим перемешиванием (пачуков).

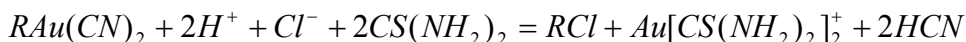
Смола, применяемая в данном процессе, имеет крупность от 0,3 до 2мм, что позволяет отделить смолу от пульпы (размер твердых частиц обычно 0,074 мм) с помощью грохочения на сите с размером отверстий 0,25-0,3 мм. Для повышения емкости ионита по благородным металлам с помощью предварительного цианирования повышают концентрацию Au и Ag в растворе.

Важной частью сорбционного процесса является дальнейшая переработка насыщенной смолы. Вследствие высокой стоимости ионообменных смол (7 - 12 долл/кг) способ переработки должен предусматривать не только глубокое

извлечение благородных металлов, но и возможно более полную регенерацию смолы. Основным методом переработки насыщенных смол является метод элюирования, заключающийся в десорбции благородных металлов и примесей с помощью различных специально подобранных растворителей.

В качестве десорбента золота и серебра используют серноокислые и солянокислые растворы тиомочевины, действие которой

связано с тем, что она образует с золотом прочный катионный комплекс $Au[SC(NH_2)_2]_2^+$, который анионообменная смола удерживать не может:



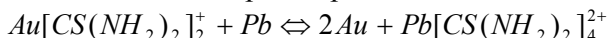
Оптимальная концентрация десорбционного раствора 8-9% тиомочевины, 2-2,5% HCl.

Десорбцию проводят в регенерационных колоннах, работающих по принципу противотока смолы и элюирующего раствора. Для поглощения выделяющейся синильной кислоты используют ее взаимодействие с NaOH.

Извлечение золота и серебра из элюирующего раствора возможно тремя способами:

- 1) осаждением золота металлическим свинцом;
- 2) осаждением золота электролизом с нерастворимыми анодами;
- 3) электроэлюированием.

Первый способ - вытеснение золота металлическим свинцом из тиомочевинных растворов:



Реакция протекает быстро уже при обычной температуре, извлечение золота составляет 97-99 %. Дальнейшую обработку осадка можно осуществить купелированием.

Второй способ - электролиз с нерастворимым катодом или анодом. Параметры процесса: плотность тока 25-30 А/м², напряжение на ванне 1 В, извлечение в катодный осадок 98 %. К недостаткам процесса можно отнести длительность и анодное окисление тиомочевины.

Третий способ - совмещение процесса десорбции и электролиза (процесс электроэлетрования). Электролитом является 3-9-процентный раствор тиомочевины и 1,8-2,5-процентный раствор соляной кислоты или 3,5-процентный раствор серной кислоты. Продолжительность процесса 3-24 ч. Извлечение золота из смолы 97-99 %.

Оснащение рабочего места

- 1) Золотосодержащий раствор;
- 2) смола АМ-2Б;
- 3) фильтровальная установка;
- 4) установка для перемешивания;
- 5) установка для титрования.

Последовательность и методика выполнения работы

Навеску золотосодержащей руды (100 г) помещают в сосуд емкостью 0,5 л. Затем добавляют 200 мл H_2O (т:ж = 1:2), щелочь (NaOH) и крепкий цианистый раствор (21,2%) так, чтобы концентрация свободного цианида в растворе была 0,10%, а щелочи - 0,02%.

В качестве окислителя добавляют пероксид бария на кончике шпателя (0,25 г).

Расчет щелочи: $0,02\% = 0,2 \text{ г/дм}^3$. Необходимая концентрация NaOH- $0,2 \text{ г/дм}^3$. Таким образом, в $0,2 \text{ дм}^3$ вода будет содержаться 0,04 г. NaOH (40 мг.).

Расчет крепкого раствора цианида:

$$212 \text{ г/дм}^3 \cdot x = 1 \text{ г/дм}^3 \cdot 0,2 \text{ дм}^3, \\ x = 1 \text{ см}^3.$$

В коническую колбу помещают 1 г воздушно-сухой смолы АМ-2Б. После этого колбу ставят на встряхиватель для проведения сорбционного выщелачивания в течение 24 ч.

Через каждый час анализируют раствор на цианид и щелочь. Если содержание реагентов снизилось, их добавляют в раствор.

По окончании выщелачивания смолу отделяют от пульпы, пропуская содержимое колбы через сито. Смолу, оставшуюся на сите, несколько раз промывают водой над фарфоровой чашкой.

Отмытую смолу переносят шпателем в плоскодонную колбу емкостью 100 мл и заливают 50 мл раствора: 8-9% - тиомочевины ... 20 г/дм³ H₂SO₄. Закрывают колбу пробкой и помещают на встряхиватель.

Пульпу, освобожденную от смолы, отфильтровывают от твердой фракции через фильтр с синей лентой и фильтрат анализируют на цианид и щелочь.

По окончании десорбции колбу снимают со встряхивателя, отделяют смолу от раствора фильтрованием через фильтр Шотта с помощью водоструйного насоса. По окончании фильтрования смолу промывают 15 мл дистиллированной воды.

Необходимые расчеты

Зная концентрацию цианистого раствора до и после сорбции, можно рассчитать количество цианида, перешедшего в цианистый раствор, и концентрацию его в фазе смолы. Определив концентрацию золота и серебра в растворе после десорбции (принимая извлечение золота из смолы 98 %) и рассчитав концентрацию его в смоле после сорбции, определить емкость смолы АМ-2Б по благородным металлам.

Контрольные вопросы

1. Какие смолы применяют в промышленности для сорбции благородных металлов?
2. Какие способы использования ионообменных смол при извлечении благородных металлов Вы знаете?
3. Как осуществляют десорбцию золота и примесей?
4. В каких аппаратах проводят процессы сорбции и десорбции золота?

Лабораторная работа № 7

Извлечение золота из вторичного сырья

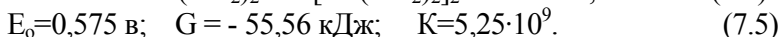
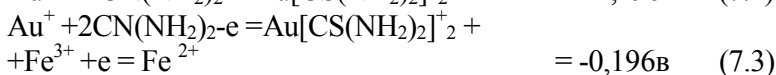
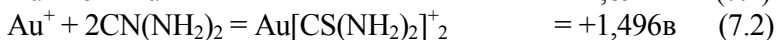
Цель работы: ознакомить студентов с одним из способов извлечения золота из вторичного сырья.

Краткие теоретические сведения

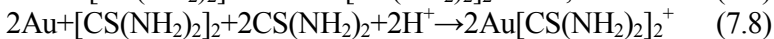
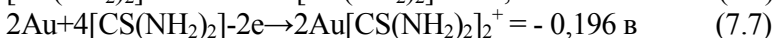
Вторичным сырьем для получения золота являются ювелирные изделия, различная бытовая посуда, изготовленная из материалов, в составе которых имеется золото, оборудования золотоизвлекательных фабрик (цех выпщелачивания, осаждения, и транспортировка цианистых растворов), поверхность которых при длительной работе, покрывается золотом, бой фарфоровых изделий: покрытых золотом и т.д. Для извлечения золота из вышеперечисленных материалов используются различные методы (йодидный, хлорный и т.д.).

Технология заключается в том, что бой фарфоровых изделий обрабатывается раствором тиомочевины с добавкой сульфата окиси железа при pH=1-2 в течение 0,5÷1,0 час. Из тиомочевинного раствора золота извлекается сорбцен на активированного угля АГ-3.

Тиомочевина является растворителем золота, менее токсичным по сравнению с обычными цианидами. Растворение протекает по реакциям:



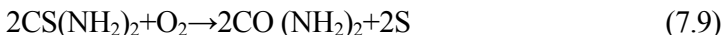
Избыток ионов железа (III) также окисляет тиомочевину. Образующийся формамидиндисульфид $[\text{CS}(\text{NH}_2)_2]_2$ является внутренним окислителем (переносчиком электронов):



$$E_0 = 0,224\text{В}; \quad G = -43,286\text{ кДж}; \quad K = 5,7 \cdot 10^9.$$

По реакции (8) максимальная скорость растворения золота достигается при молярном соотношении тиомочевины и ее дисульфида 2:1. Формамидиндисульфид трудно растворим в воде: $1 \cdot 10^{-4}$ г/л, откуда минимальная концентрация тиомочевины в растворе должна составлять $2 \cdot 10^{-4} \times 76 = 0,0152$ г/л.

Низкий предел кислотности раствора тиомочевины определяется концентрацией железа (III) и произведением растворимости его гидроокиси: $(3,2 \cdot 10^{-38})$. Так, при расходе сульфата окиси железа $\text{Fe}_2(\text{SO}_4)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$ 10 г/л $\text{pH} \geq 2,25$. высший - реакцией разложения тиомочевины с выделением элементарной серы и мочевины (наличие в растворах кислорода):



Выделившаяся сера покрывает золотой колер и снижает скорость его растворения. В этой связи pH рабочего раствора выбирается по концентрации железа (III).

Выщелачивание самородного золота из руд и снятие золота с боя фарфоровых изделий имеют отличия, обусловленные различиями в составе в нахождении золота в исходном сырье. Солевые добавки к жидкому глянцевому препарату золота (Bi и Cr в качестве активаторов адгезии, родий - для повышения устойчивости золотого покрытия при высокой температуре) при обжиге в окислительной среде восстанавливаются до металла, кроме золота родия и висмута (восстановителями служат органические компоненты: остатки от разложения резинатов металлов, эфирные масла и органические растворители). Судя по составу, золотое покрытие менее благородно, чем золото в рудах, т.е. золотое покрытие растворяется легче. кроме золота, с тиомочевинной взаимодействуют родий и висмут, образуя тиомочевинные комплексы в отличие от хрома (III).

Толщина слоя глянцевого золота около 0,1 мкм, полировального - в 3-6 раз больше. Таким образом, золотой декор на фарфоре представляет тончайшую пленку с развитой поверхностью, что способствует также растворению золота. Легкая доступность растворителя к золотому покрытию исключает необходимость предварительного дробления боя.

В отличие от выщелачивания рудного золота для снятия золота с боя фарфоровых изделий установлен следующий оптимальный реагентный режим: сульфат окиси железа - 10. г/л, тиомочевина - 0,5г/л, серная кислота (конц.) ~ 0,5 мл/л (рН=1÷2).

Оснащение рабочего места

Для выполнения работы необходимы следующие приборы и материалы:

- 1) бой фарфорофаянсовых изделий крупностью 50÷60мм, весом 0,5 кг;
- 2) тиомочевина;
- 3) серная кислота (конц.);
- 4) сульфат окиси железа;
- 5) стакан фарфоровый или стеклянный, емк. 500мл.;
- 6) стеклянная палочка;
- 7) пипетка на 10мл.;
- 8) весы технические с разновесами;
- 9) промывалка с дистиллированной водой;
- 10) стаканы стеклянные ёмк. 0,15÷0,2л.;
- 11) линейка.

Последовательность и методика выполнения работы

Для проведения опытов по снятию золота с боя фарфоровых изделий берут пять навесок боя по 100г, дробят их молотком легкими ударами по фарфору, завернутому в тряпку, до 50-60мм. Измеряют площадь золотого покрытия на фарфоре (для каждой навески отдельно) и нумеруют навеску с указанием площади золотого покрытия.

Заливают в стакан (ёмк.0,5л.) 400мл. водопроводной воды, 0,5мл концентрированной серной кислоты и засыпают железо сернокисл. окисное из расчета 10г/л. Стеклопалочкой перемешивают жидкость до полного растворения сульфата железа, затем засыпают тиомочевину, из расчета 0,5г/л.

В стакан с раствором осторожно помещают приготовленную навеску боя. Засекают время. Через каждые 5мин. слегка перемешивают раствор стеклопалочкой. Продолжительность опыта 30 мин.

После окончания опыта раствор переливают в другой стакан (ёмк.0,5л.), бой промывают водой (50мл.) из промывалки. Промывные воды объединяют с основным раствором.

Бой извлекают из стакана, укладывают на бумагу и измеряют остаточную площадь золотого покрытия на фарфоре.

Извлечение золота из боя определяют по формуле:

$$E = \frac{S_2}{S_1} \cdot 100\%$$

где S_1 —площадь золотого покрытия в исходном бое, мм;

S_2 —площадь золотого покрытия в бое, после выщелачивания.

В полученный золотосодержащий раствор загружают следующие навески боя, выщелачивают 30 минут, отделяют раствор от боя, промывают водой, измеряют площадь золотого покрытия. На бое после выщелачивания вычисляют извлечение золота. Таким образом опыты продолжают до тех пор, пока извлечение золота не снижается до 70÷80%. Результаты заносятся в таблицу 7.1. По результатам опытов определяется кратность использования тиомочевинных растворов.

Составление отчета

Отчет о выполнении работы должен содержать:

- 1) описание выполненной работы
- 2) необходимые расчеты, реакции
- 3) выводы о влиянии различных факторов на извлечение золота.

Таблица 7.1

Условия опыта	Извлечение золота, в %					
	1	2	3	4	5	Общий
C_{TiO} 0,5г/л						
$C_{Fe_2(SO_4)_3}$ 10 г/л						
$C_{H_2SO_4}$ 2 г/л						
τ 30мин.						

Контрольные вопросы

1. Написать реакции растворения золота в тиомочевинных растворах.
2. Назначение железа сернокислого окисного при растворении золота в тиомочевинных растворах.
3. Кроме золота какие металлы образуются с тиомочевинным комплексом?

ЛИТЕРАТУРА

1. Котляр Ю.А., Меретуков М.А., Стрижко Л.С. Металлургия благородных металлов. Учебник в 2-х томах - М.: МИСиС, 2005. – Т.1 425 с., Т.2 392 с.
2. Масленицкий И.Н., Чугаев Л.В. Металлургия благородных металлов. - М.: Металлургия, 1997. - 432 с.
3. Стрижко Л.С. Металлургия золота и серебра - М.: МИСиС, 2001 - 335 с.
4. Умарова И.К. Нодир металлургияси. Маърузалар тўплами. – Т.: ТошДТУ, 1999. – 108 б.
5. Степанов Б.А. Металлургия благородных металлов: Конспект лекций. – Т.: ТашГТУ, 2002. -174 с.
6. Степанов Б.А. Новые процессы и аппараты в металлургии золота: Учебное пособие. -Т.: ТашГТУ, 2003. - 84 с.

СОДЕРЖАНИЕ

Лабораторная работа № 1.	Определение удельного веса золотосодержащих руд и концентратов...	3
Лабораторная работа № 2.	Изучение операций подготовки золотосодержащих руд к обогащению и гидрометаллургической переработке.....	7
Лабораторная работа № 3.	Извлечение золота на концентрационном столе	10
Лабораторная работа № 4.	Изучение способа магнитной сепарации в обогащении золотосодержащих руд.....	15
Лабораторная работа № 5.	Извлечение золота из растворов сорбцией на активированном угле.....	19
Лабораторная работа № 6.	Процесс сорбционного выщелачивания с использованием анионита АМ-2Б в золотосодержащих рудах.....	21
Лабораторная работа № 7.	Извлечение золота из вторичного сырья....	26

Редактор: Ахметжанова Г.М.