

ОСОБЕННОСТИ АНАЛИТИЧЕСКОГО ОБЕСПЕЧЕНИЯ ЦИАНИСТОЙ ПЕРЕРАБОТКИ ЗОЛОТО- И СЕРЕБРОСОДЕРЖАЩЕГО СЫРЬЯ

Ф.А. Чмиленко, Т.М. Деркач, А.А. Пивоваров, ДГУ, Днепрпетровск, Украина

Процесс технологии извлечения Au и Ag связан с эффективными химическими, в частности гидрометаллургическими методами разложения и выщелачивания, технология которых совершенствуется и определяется новыми достижениями химии. Выщелачивание цианистыми растворами - основной способ гидрометаллургической переработки руд благородных металлов. Главное достоинство цианида - высокая эффективность и избирательность действия по отношению к Au и Ag [1]. Однако, это токсичный растворитель, который к тому же вызывает трудности при анализе получаемых растворов. Несмотря на широкое применение метода цианирования при добыче Au и Ag его аналитические возможности не реализованы полностью.

В работе изучали цианистое выщелачивание руд месторождений Украины. Объектом исследования служили пробы двух типов, содержащие помимо благородных металлов: I - Pb, Zn, Nb, Ti, Be, Fe, TiO₂; II - Sb, Cu, Zn, Pb, Hg, SiO₂, Cd, As, Fe. Золото- и серебросодержащие растворы получали растворением навески руды (2,00 г.), измельченной в порошок с диаметром частиц не более 1мкм, в 50 мл растворителя. Содержание цианида изменяли от 0,5 до 2,2%. Опробывание различных вариантов растворения показало, что наиболее эффективный включает в себя продувку раствора воздухом при помощи азуратора с интенсивным перемешиванием. Замена продувки внесением в раствор пероксида водорода в качестве окислителя преимуществ не в скорости, ни в полноте извлечения

не показала. Контроль содержания благородных металлов в растворах после выщелачивания осуществляли атомно-абсорбционным методом в пламени ацетилен-воздух на спектрофотометре «Сатурн-ЗП-1». Условия определения золота и серебра приведены в табл. 1.

Таблица 1 Условия атомно-абсорбционного определения золота и серебра

элемент	длина волны, нм	щель монохроматора, мм	ток лампы, мА	расход, л/ч	
				C ₂ H ₂	воздух
Au	242.8	0.1	10	100	940
Ag	328.1	0.1	7	82	920

Определение проводили по градуировочным графикам, приготовленным из стандартных образцов: ГСОМ-12 для Ag и ГСОМ-14 для Au, а также по методу добавок. При анализе цианистых растворов имело место завышение результатов определения золота, причем тем в большей степени, чем больше была концентрация цианида (табл.2).

Таблица 2 Степень завышения концентрации золота при изменении содержания KCN

C _{KCN} , г/л	7,41	13,00	18,85	22,75	28,60
ΔC, %	3,00	7,40	15,10	18,50	22,50

Для оценки завышения результатов была введена величина, показывающая процент ошибки определения по градуировочному графику по отношению к методу добавок

$$\Delta C = \frac{C_1 - C_2}{C_1} 100\% \quad (1)$$

где C₁ - концентрация золота, определенная по методу добавок, мг/л; C₂ - концентрация золота, определенная по градуировочному графику, мг/л.

Этой же величиной далее пользовались для проверки данных о степени влияния KCN на определение золота в растворах. За результат принимали среднюю величину ΔC, полученную из трех независимых опытов.

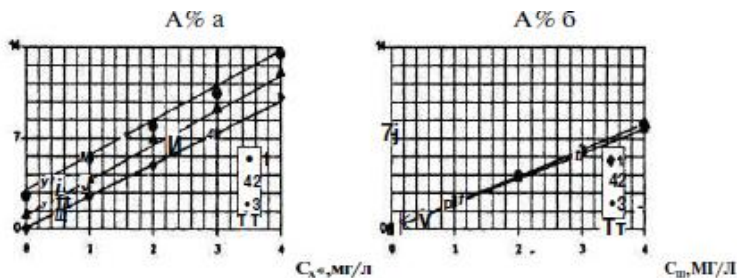


Рис.1. Градуировочные графики для определения золота с содержанием KCN г/л.

1- 0,2 -12,00, 3 - 17,51; а - без корректора, б - с дейтериевым корректором фона.

Изучение влияния на положение градуировочных графиков для золота различного содержания цианида показало, что в диапазоне концентраций до 10 мг/мл KCN помехи со стороны среды незначительны. При увеличении концентрации наблюдается смещение градуировочных графиков, вызванное неселективным поглощением линии 242,8 нм.

На рис. 1а представлены градуировочные графики для атомно-абсорбционного определения золота из чистых растворов и растворов с различным содержанием KCN. Видно, что градуировочные растворы следует готовить с учетом солевого макросостава для устранения систематической погрешности.

Сравнивая влияние цианида на определение Ag и Au можно отметить много общего. В частности, при определении Ag по градуировочному графику, по сравнению с методом добавок также получаются завышенные результаты, однако, концентрация цианидов, вызывающая такое завышение значительно ниже, чем для Au. Используя сугубо приборные методы атомно-абсорбционного анализа (дейтериевый корректор фона) для определения Au влияние цианида можно практически полностью нивелировать (рис. 16), а для Ag использование приёма учета нерезонансного поглощения с применением источника непрерывного света не достигает цели.

Влияние цианидов на определение Au было изучено также на модельном растворе. Методика растворения для приготовления его была изменена из-за пассивации большими концентрациями KCN (2%) поверхности крупинок чистого металла, что затрудняло процесс. Навеску (1 мг) порошкообразного электролитного Au помещали в небольшой объем 0,5% раствора KCN и в течение часа подвергали интенсивному перемешиванию и аэрации воздухом. Затем раствор нагревали до 40-50°C, продолжая перемешивать, и выдерживали в этом состоянии еще 2 ч. с последующим внесением соответствующей аликвоты исходного раствора KCN с концентрацией 130 г/л и доведением объёма до 250 мл. Таким образом получали растворы с содержанием по Au $4,0 \pm 0,3$ мг/л и различным содержанием KCN (от 1,7 до 2,8 %) без примесей других элементов.

Как альтернатива корректору фона была рассмотрена возможность применения плазмохимической обработки анализируемых растворов с целью устранения матричного эффекта цианида при определении Au. Растворы помещали в реактор [2], погружали в них катод, а анод располагали на расстоянии 5-7 мм от поверхности жидкости, производили откачку газовой фазы и обрабатывали тлеющим разрядом в течение 7-20 мин. Эксперименты проводили в следующем диапазоне изменения основных параметров плазмохимического реактора: $U=400-800$ В, $I=25-100$ мА, $P=0,97 \times 10^4$ Па. При больших токах происходило упаривание раствора, поэтому начальный и изменение конечного объема раствора фиксировали и учитывали при расчетах. Содержание KCN в обработанном растворе при различном времени экспозиции плазмы приведено в табл. 3. Видно, что при продолжительной обработке концентрация цианида снижается и достигает уровня, при котором искажения результатов определения Au нет.

Экспериментальные исследования (табл. 3) проводили в условиях более простых, чем реальные. В частности, вместо руды использовали образцы химически чистых Au и Ag. Цианистые растворы были абсолютно чистыми, тогда как в реальных условиях производственные растворы, как правило, содержат значительное количество примесей.

Следует отметить, что плазмохимическая подготовка оказывается эффективной и для реальных растворов, при этом наблюдаемые закономерности удовлетворительно согласуются с выявленными при изучении модельных растворов.

Таблица 3 Степень завышения концентрации Au и изменение содержания KCN от времени плазмохимической обработки при силе тока 100 мА

время обработки, $\times 10^2$ с	Концентрация KCN, г/л	$\Delta C, \%$
0	22,50	15,10
4,2	18,20	6,70
6,0	15,79	3,45
12,0	11,83	0

Таким образом, показана возможность применения плазмохимической обработки на стадии пробоподготовки при атомно-абсорбционном анализе технологических растворов после цианистого выщелачивания руд.

Литература

1. Минеев Г.Г., Панченко А.Ф. Растворители золота и серебра в гидрометаллургии. - *Металлургия*, 1994. 241 с.
2. Чмиленко Ф.А., Пивоваров А.А., Деркач Т.М., Куксенко А.Н. Плазмохимическая подготовка в атомно-абсорбционном определении серебра в технологических растворах // *Журн. аналит. хим.*, 1997. -Т.52, № 4, С.352-354.

О ВОЗМОЖНОСТЯХ ЯДЕРНО-ФИЗИЧЕСКИХ МЕТОДОВ АНАЛИЗА

В.В. Левенец, Национальный научный центр ХФТИ, Харьков, Украина

В геологии создана достаточно мощная аналитическая система, обеспечивающая осуществление аналитического контроля на различных стадиях проведения работ. Однако, в основном, она базируется на традиционных химических методах анализа. Необходимость повышения экспрессности, комплексности анализов привело к тому, что более широко стали использоваться физические и ядерно-физические методы (особенно интересен в этом случае инструментальный вариант). В настоящее время можно отметить хорошие позиции нейтронно-активационного анализа с использованием реакторов и источников, гамма-активационного (привлекателен анализ содержания золота), рентгенофлуоресцентного анализов. Используются и другие методы, в частности, индуктивно связанная плазма, масс-спектрометрия и т.д., тем не менее, ни один из перечисленных методов не может в полной мере удовлетворить комплексу требований, предъявляемых к анализу, способствуя привлечению все новых и новых методов и методик.

Вероятно, к одним из наиболее универсальных методов в настоящее время относится комплекс мгновенных ядерно-физических методов ХРИ и МИЯР. В основе этих методов лежит взаимодействие пучка ускоренных до энергий 2-4 МэВ ионов (протонов) с одновременной регистрацией характеристического