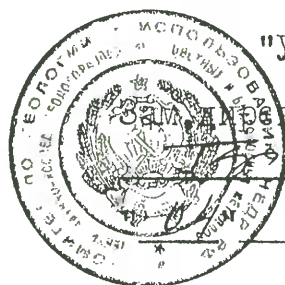


Центральный научно-исследовательский геологоразведочный институт цветных и благородных металлов / ЦНИГРИ/



"УТВЕРЖДАЮ "

Директора ЦНИГРИ

Г.В.Седельникова

10

1993 г.

СПЕКТРОФОТОМЕТРИЧЕСКОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ ЗОЛОТА В
ЦИАНИСТЫХ ТЕХНОЛОГИЧЕСКИХ РАСТВОРАХ

Методика анализа

Зав.отделом аналитических исследований ЦНИГРИ

А.Н.Курский

Разработчик:

Ст.науч.сотрудник,к.х.н.

А.В.Мандругин

Москва, 1993

СПЕКТРОФОТОМЕТРИЧЕСКОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ ЗОЛОТА В ЦИАНИСТЫХ ТЕХНОЛОГИЧЕСКИХ РАСТВОРАХ.

Назначение и область применения методики

Методика предназначена для определения содержания золота в технологических цианистых растворах кучного выщелачивания с целью контроля технологического процесса. Нижняя граница определяемых содержаний золота 0,1 мг/л.

Сущность методики

Разрушение цианидного комплекса золота осуществляется путем нагревания раствора с марганцевоокислым калием в солянокислой среде. Золото выделяется путем экстракции бутилацетатом и определяется по окраске ионного оссоциата хлоридного комплекса золота с красителем бриллиантовым зеленым.

Средства измерения и вспомогательные устройства

1. Фотометр КФК-3, или аналогичный
2. Воронки делительные

Реактивы, растворы, материалы

1. Кислота соляная по ГОСТ 3118-77, растворы 6М, 4М, 0,1М
2. Кислота азотная по ГОСТ 4461-77
3. Калий марганцевоокислый по ГОСТ 20490-75
4. Бутиловый эфир уксусной кислоты (бутилацетат) по ГОСТ 22300-76
5. Краситель бриллиантовый зеленый. Водный раствор 0,01% свежеприготовленный
6. Стандартные растворы золота
Раствор А. Навеску 0,1000г золота (99,99%) растворяют при нагревании в 20 мл смеси соляной и азотной кислот (3:1), выпаривают на водяной бане до 3-5 мл и дважды обрабатывают 10 мл

соляной кислоты для удаления азотной кислоты, выпаривая до 3–5 мл. Раствор переводят в мерную колбу емкостью 500 мл, доводят до метки 6M соляной кислотой, перемешивают. 1 мл раствора содержит 200 мкг золота. Раствор сохраняется в темноте неограниченное время.

Раствор Б. В мерную колбу емкостью 100 мл отбирают 5 мл раствора А. Доводят до метки 4M раствором соляной кислоты и перемешивают. 1 мл раствора содержит 10 мкг золота. Раствор сохраняется в темноте не более месяца.

Подготовка проб и определение золота.

В коническую колбу с широким горлом отбирают 20 мл анализируемого раствора, добавляют 0,2 г марганцевокислого калия и 10 мл соляной кислоты. Раствор нагревают до кипения и кипятят в течение 30 мин. для полного удаления хлора. После охлаждения раствора поступают в зависимости от предполагаемого содержания золота в пробе.

В случае анализа оборотных растворов, содержащих менее 0,5 мг/л золота, раствор переводят в колбу для экстракции и доводят объем до 20–25 мл 4M раствором соляной кислоты. К раствору добавляют 10 мл бутилацетата и встряхивают 3 мин. Разделяют фазы с помощью делительной воронки. Водную (нижнюю) фазу сливают и отбрасывают. Стенки делительной воронки обмывают 3–5 мл воды, воду сливают. Добавляют к экстракту 10 мл 0,1M раствора соляной кислоты и 1 мл раствора бриллиантового зеленого. Сразу же интенсивно встряхивают 15–20 сек. После разделения фаз водный слой сливают, а экстракт фильтруют через фильтр "белая лента" в пробирку с притертой пробкой. Окраска экстракта устойчива при отсутствии яркого света в течение 2 часов. Содержание золота в экстракте измеряют с помощью фотометра при длине волны 630 нм в кювете с длиной слоя 2 см относительно раствора холостого опыта в режиме измерения концентрации. Коэффициент факторизации рассчитывают по калибровочному графику.

При анализе продуктивных растворов, содержащих более 0,5 мг/л золота, раствор переводят в мерную колбу на 50 мл, доводят объем до метки 4M раствором соляной кислоты и перемешивают. Отби-

рают 25 мл раствора в колбу для экстракции и проводят экстракцию и измерение, как описано выше.

В случае, если измеренное содержание золота в экстракте превышает 10 мкг, от оставшейся половины раствора отбирают меньшую аликвоту, доводят объем до 20–25 мл 4М раствором соляной кислоты и повторяют экстракцию и измерение, как описано выше.

Если содержание золота в исследуемом растворе приблизительно известно, то аликвоту раствора сразу определяют так, чтобы в ней содержалось 4–8 мкг золота. Далее поступают, как описано выше.

Для приготовления раствора холостого опыта в коническую колбу наливают 20 мл воды и проводят ее через весь ход анализа так же, как анализируемые пробы.

Построение калибровочного графика

В колбы для экстракции отбирают аликвоты стандартного раствора Б от 0,1 до 1 мл через 0,1 мл, что соответствует содержаниям от 1 до 10 мкг золота. Объем раствора доводят до 20–25 мл 4М соляной кислотой. Для приготовления холостого раствора берут 20–25 мл той же кислоты. Экстракцию проводят, как это описано выше для анализа оборотных растворов. Измерение ведут в режиме измерения оптической плотности.

По результатам измерений строят калибровочный график, откладывая по оси абсцисс содержание золота в экстрактах в мкг, а по оси ординат—соответствующие значения оптической плотности. Рассчитывают коэффициент факторизации, руководствуясь инструкцией по эксплуатации фотометра.

Вычисление результатов анализа

Содержание золота в анализируемых растворах, С мг/л (или мкг/мл), рассчитывают следующим образом.

В случае анализа оборотных растворов когда для экстракции берут весь раствор, расчет ведут по формуле:

$$C = \frac{m}{V_p}, \text{ мкг/мл}$$

где m - содержание золота в экстракте, полученное в режиме измерения концентрации, мкг;

V_p - объем анализируемого раствора - 20 мл

При анализе продуктивных растворов, когда для экстракции отбирают аликвоту, используют формулу:

$$C = \frac{m \cdot V_k}{V_a \cdot V_p}, \text{ мкг/мл}$$

где V_k - объем мерной колбы - 50 мл;

V_a - объем аликвоты, мл

В том случае, если вместо фотометра КФК-3 используют фотоэлектроколориметр, не позволяющий работать в режиме измерения концентрации, все измерения ведут в режиме измерения оптической плотности, а содержание золота в экстракте, m , находят по калибровочному графику.

Техника безопасности

При выполнении всех операций следует выполнять общие правила работы в химической лаборатории. Необходимо помнить, что цианистые соединения являются сильнодействующими ядами. В качестве противоядия необходимо иметь на рабочем месте: 30 мл 23% раствора сульфата железа (II) в темной склянке с притертой пробкой, 30 мл 5% раствора едкого натра и 2 г окиси магния в порошке. При отравлении цианидом быстро смешивают в кружке оба раствора, высыпая туда же порошок окиси магния, быстро перемешивают и дают выпить пострадавшему. Через 5 мин. вызывают рвоту.

При работе с электроприборами следует выполнять общие правила электробезопасности.

7.1.8.1