

УСОВЕРШЕНСТВОВАНИЕ МЕТОДИКИ ХИМИЧЕСКОЙ ПОДГОТОВКИ МИНЕРАЛЬНОГО СЫРЬЯ С НИЗКИМ СОДЕРЖАНИЕМ ЗОЛОТА

Н.А. Бородина, канд. биол. наук, научный сотрудник
Институт геологии и природопользования ДВО РАН
(Россия, г. Благовещенск)

DOI:10.24412/2500-1000-2022-10-1-118-121

Аннотация. Предложена методика усовершенствования экстракционно-атомно-абсорбционного определения низких содержаний золота в минеральном сырье. Для разложения проб и перевода золота в раствор, в большинстве методик используется смесь концентрированных азотной и соляной кислот в соотношении 1:3 при нагревании. Чтобы избежать потерь золота при их низких содержаниях, образцы сначала обрабатывали фтористоводородной кислотой, а затем смесью азотной и соляной кислот. При такой обработке происходит разрушение силикатной матрицы, сорбирующей золото в геологических пробах, и возрастает степень его извлечения. Необходимо также учитывать минералогический состав анализируемых проб.

Ключевые слова: золото, минеральное сырье, силикатные руды, экстракция, атомно-абсорбционный атомизатор.

К настоящему времени накоплен большой материал по определению золота в минеральном сырье и продуктах его переработки. При количественном определении золота широкое распространение получили экстракционно-атомно-абсорбционные методы анализа, основанные на разложении пробы, фильтровании полученного раствора, экстракционном концентрировании золота и анализе экстракта [1]. В большинстве методик при определении золота используют смесь концентрированных кислот: азотной (HNO_3) и соляной (HCl) в соотношении 1:3 при нагревании. Для проб, содержащих свыше 1-2 г/т золота, наблюдается почти полное его растворение. При низких же содержаниях золота его потери очень высоки [2].

Целью нашей работы являлось усовершенствование методики НСАМ № 237-С «Экстракционно-атомно-абсорбционное определение золота с органическими сульфидами» [3] для низких содержаний золота в минеральном сырье.

Методы исследования

Данная методика заключается в кислотном разложении предварительно обожженной пробы и экстракционном концентрировании золота толуольным раствором органических сульфидов. Обжиг пробы необходим для удаления органических

веществ и серы. В качестве экстрагента золота используются 0,1 М растворы сульфидов нефти в толуоле. Они являются высокоселективными экстрагентами, т.к. совместно с золотом частично извлекается только палладий, и то только при его содержании в растворе более 10 г/т [3].

Остальные рекомендуемые экстрагенты, не имеют такой селективности. Например, изоамиловый спирт извлекает из раствора помимо золота и другие металлы, в том числе железо, что может приводить к завышению результатов по золоту.

В методике указано (дословно): «Химический состав проб не влияет на определение, исключение составляют лишь объекты, содержащие графит» (если экстракты направляются дальше на спектральный анализ).

Важным моментом при определении золота в геологических объектах является разложение анализируемой пробы и перевод элемента в раствор.

По методике разложение обожженных проб производится в «царской водке», т.е. смеси концентрированных азотной и соляной кислот в соотношении 1:3 при нагревании.

Однако если золото находится внутри силикатной основы, оно не контактирует с кислотами и данное кислотное разложение не эффективно. Золото в минералах находится в разных состояниях, в зависимости от генезиса. Тонкодисперсное золото (или невидимое, накапливающееся в сульфидах) растворяется в «царской водке». Рудное золото представляет собой мельчайшие частицы-вкрапления в кварцевые породы и находится внутри силикатной матрицы, разрушить которую данной смесью кислот невозможно, что является причиной неполного его извлечения.

Также при наличии кварца в породе разложение смесью HCl и HNO₃ приводит к образованию нерастворимого остатка, сорбирующего золото и препятствующего переходу его в раствор [4].

Согласно Инструкции 237-С НСАМ, перед кислотным разложением образцы подвергали окислительному обжигу. Навеску проб (5 г) прокаливали в муфельной печи при температуре 600°C в течение 1,5-2 часов, что приводит к удалению серы и углистого вещества, разрушению отдельных минералов, содержащих золото. Остывшие пробы переносили в стеклоуглеродные тигли, добавляли 20 мл свежеприготовленной смеси концентрированных азотной и соляной кислот в соотношении 1:3 и нагревали до 90°C. Через час добавили еще 15 мл этой же смеси и в течение 1,5-2 часов упаривали до влажных солей, периодически взбалтывая. Затем прилили 20 мл 1 М раствора HCl, нагрели до растворения солей и отфильтровали в мерные колбы на 250 мл, промывая осадок горячим раствором 1 М HCl до объема фильтрата около 150 мл. Золото экстрагировали 5 мл 0,1 М раствора сульфида нефти в толуоле на встряхивателе в течение 5 минут. По окончании экстракции прилили воду, чтобы поднять уровень экстракта в горло колбы. Абсорбцию золота измеряли на атомно-абсорбционном спектрофотометре. Концентрацию золота рас-

считывали по градуировочному графику [3].

Результаты исследования

Методика извлечения и определения золота отрабатывалась на пробах разных типов минерального сырья. Рентгенофлуоресцентный анализ анализируемых образцов показал высокие содержания SiO₂ (до 70% и выше), что позволяет отнести их к кварцевым рудам. Чтобы разрушить силикатную основу и перевести золото в раствор, пробы обрабатывали смесью фтористоводородной, азотной и соляной кислот.

Для сравнения двух способов пробоподготовки проводили параллельные анализы с предварительной обработкой золотосодержащих образцов фтористоводородной кислотой и без нее.

1. В обеих схемах разложения пробы предварительно прокаливали в муфельной печи при температуре 600°C в течение 1,5-2 часов для удаления серы и органики (далее согласно методике). Остывшие пробы обрабатывали смесью азотной и соляной кислот в соотношении 1:3 при нагревании, упаривали до влажных солей и переводили в 1 М солянокислый раствор. Далее золото экстрагировали 0,1 М раствором сульфидов нефти в толуоле (соотношение водной и органической фаз равно 1:30).

2. По второму способу пробоподготовки образцы после обжига обрабатывались сначала фтористоводородной кислотой в объеме 20 мл при комнатной температуре, с последующим ее нагреванием и выпариванием. Такая обработка приводит к разрушению силикатных порообразующих минералов: $\text{SiO}_2 + 4\text{HF} = \text{SiF}_4\uparrow + 2\text{H}_2\text{O}$. Далее проводили обработку проб, как и в первом способе, согласно Методике НСАМ № 237-С.

Данная схема особенно актуальна при определении низких содержаний золота в образцах. В качестве образцов сравнения использовали стандартные образцы (ГСО) с установленным содержанием золота.

Примеры нескольких результатов анализов приведены в таблице.

Таблица. Результаты определения золота при различных способах разложения проб

Образец	Au, г/т		Потери Au, % отн.
	Реагенты: HNO ₃ +HCl (1:3)	Реагенты: HF, HNO ₃ +HCl (1:3)	
Дациандезит	0,06	0,77	92
Гранит окварцованный	0,05	0,41	88
Мегасоматит	<0,005	0,32	98
Сланец	<0,005	0,047	90
Диоритовый порфирит	0,49	1,23	60
Окварцованный сланец	1,35	1,99	32
Сульфидизированный кварц	1,23	1,70	28
Песчаник	2,92	3,80	23

Из данных таблицы следует, что при обработке проб только смесью HNO₃+HCl (в соотношении 1:3) идет неполное извлечение золота, его потери доходят до 98%, в зависимости от типа минерального сырья. Минимальные потери наблюдаются при обработке проб смесью HF, HNO₃+HCl (1:3). С повышением содержания золота в пробе степень его извлечения возрастает. Потеря золота обусловлена неполным его растворением, если его частицы находятся внутри силикатной основы, которая не разрушается «царской водкой».

Абсорбцию золота измеряли на атомно-абсорбционном спектрофотометре Solaar M 6 с электротермическим атомизатором «THERMO ELECTRON CORPORATION», США, в Аналитическом центре минералого-геохимических исследований ИГиП ДВО РАН. Параметры спектрофотометра:

Аналитическая линия – 242,8 нм

Ток лампы с полым катодом – 10 мА

Библиографический список

1. Юделевич И.Г., Старцева Е.А. Атомно-абсорбционное определение благородных металлов. – Новосибирск: Наука, 1981. – 159 с.
2. Бажов А.С., Зекки Л.Н., Клименкова Н.Б. Атомно-абсорбционное определение низких содержаний золота с использованием импульсного вольфрамового атомизатора. // Журнал аналитической химии. – 1986. – №12. – С. 2190-2198.
3. Инструкция НСАМ № 237-С. Экстракционно-атомно-абсорбционное определение золота с органическими сульфидами. Отраслевая методика III категории точности. – М.: ВИМС, 1987. – 11 с.
4. Злобина Е.В., Токтасинова А.Ж. Усовершенствование химической подготовки геологических проб для определения золота // Вестник Казахского национального ун-та им. Аль-Фараби. – 2013. – №2. – С. 119-125.

Температура отгонки растворителя (сушка) – 100 °С

Время отгонки растворителя – 35 сек.

Температура озоления – 800 °С

Время озоления – 20 сек

Температура атомизации – 1900 °С

Время атомизации – 3,0 сек.

За результат анализа принимали среднее арифметическое значение двух параллельных определений золота из отдельных навесок. Предел обнаружения составляет $2\cdot 5\cdot 10^{-4}$ мкг/мл.

Заключение

Таким образом, усовершенствована экстракционно-атомно-абсорбционная методика определения золота в геологических пробах с использованием в качестве экстрагента сульфидов нефти в толуоле для определения низких содержаний золота. Способ разложения проб зависит от типа минерального сырья.

IMPROVEMENT OF METHODS OF CHEMICAL PREPARATION OF MINERAL RAW MATERIALS WITH LOW GOLD CONTENT

N.A. Borodina, *Candidate of Biological Sciences, Researcher*
Institute of Geology and Nature Management of Far Eastern Branch of RAS
(Russia, Blagoveshchensk)

Abstract. *A method for improving the extraction-atomic-absorption determination of low gold contents in mineral raw materials is proposed. To decompose samples and transfer gold into solution, most techniques use a mixture of concentrated nitric and hydrochloric acids in a ratio of 1:3 when heated. To avoid gold losses at their low contents, the samples were first treated with hydrofluoric acid, and then with a mixture of nitric and hydrochloric acids. With such processing, the silicate matrix that sorbs gold in geological samples is destroyed, and the degree of its extraction increases. It is also necessary to take into account the mineralogical composition of the analyzed samples.*

Keywords: *gold, mineral raw materials, silicate ores, extraction, atomic absorption atomizer.*