

И. Н. ПЛАКСИН и С. М. ШТАМОВА

МЕТОДИКА АМАЛЬГАМАЦИОННОЙ ПРОБЫ НА ПЛАТИНУ

Извлечение платины из руд и концентратов путем амальгамации применяется в промышленной практике южно-африканских предприятий. Развитие рудной ветви платиновой промышленности должно стимулировать изучение и освоение на ряду с другими металлургическими методами также и амальгамации в применении преимущественно к дунитовым концентратам.

Кроме отсутствия экспериментально разработанной теории амальгамации платиновых руд в специальной литературе отсутствует детальное описание методики лабораторных опытов по извлечению платины амальгамацией. Эти причины побудили нас дать описание методики амальгамационной пробы на платину, разработанной нами в связи с общей работой по методике исследования руд благородных металлов и работой по изучению самого процесса амальгамации руд благородных металлов.

В промышленной практике¹ существуют два метода извлечения платины амальгамацией. По первому² из них — концентрат, полученный путем обогащения на столах, подвергается обработке в бочке с добавкой ртути, цинковой амальгамы и серно-кислой меди в присутствии серной кислоты. После этого концентрат отделяется промывкой от амальгамы и подвергается повторной амальгамации.

После промывки полученная амальгама отжимается в прессе, и отделенная твердая часть амальгамы поступает в реторту для отгонки ртути. Полученный остаток обрабатывается серной кислотой, после чего сырая платина направляется на аффинажные заводы.

Объяснение данного процесса амальгамации, данное³ одним из авторов, сводится к следующему. При обработке платинового концентрата медь восстанавливается из раствора при действии пары: цинковая амальгама — платина до металлического состояния и образует слой меди на

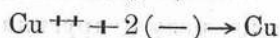
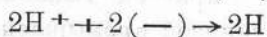
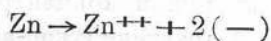
¹ I. R. Prentice a. R. Murdoch. The recovery of platinum from Dunite at Onverwacht Transvaal. The Journ. of Chem., Met. a. Min. Soc. of S. Afr., 29, 1929, № 7, 159. Цвет. Мет., 1930, № 5.

² Техническая энциклопедия, 16, 1932, 610.

³ И. Н. Плаксин. Обработка золотых руд. М., 1932, 202.

активированной поверхности частиц платины. В результате образования слоя цементной меди, частицы платины подвергаются поверхностной амальгамации и затем, вследствие смачивания ртутью, легко увлекаются в состав амальгамы. В итоге увлечения частиц платины в жидкую фазу образуется ртутная суспензия поверхностно амальгамированных частиц платины. Серная кислота в данном процессе играет двойную роль: во-первых, она растворяет пленку окислов, покрывающих поверхность платиновых частиц, и, во-вторых, ионы водорода восстанавливаются на катоде и активируют поверхность частиц платины.

Указанные процессы, которые создают активированную поверхность, покрываемую плотным слоем цементной меди, могут быть изображены следующими реакциями:



Второй метод амальгамации платиновых руд и концентратов по способу Энцлин и Эклунд применим к окисленным и отчасти к сульфидным рудам. Он состоит в улавливании платиновых частиц на амальгамированных листах, расположенных на поверхности наклонных шлюзов. Амальгамация осуществляется, как и в предыдущем методе, цинковой амальгамой в водном растворе свободного хлора, соляной кислоты, хлорной ртути, хлористого цинка и хлористого натрия.

После прохождения по шлюзу и отделения хвостов руды от раствора, последний регенерируется в электролитической ванне, где получается хлорная вода и цинковая амальгама, откуда сам метод получил название электролитической амальгамации.

Процесс амальгамации платины по данному методу объясняется нами¹ следующим образом. Непосредственно, как известно, платина, встречаемая в самородном состоянии, не амальгамируется, но при действии ртути на хлористые соединения платиновых металлов в момент восстановления платины ртутью, образуется амальгама. Тоже наблюдается в случае платины, совершенно свободной от окислов и в случае свежевосстановленной черни платиновых металлов. Таким образом, нетрудно представить следующий процесс образования платиновой амальгамы в случае рассматриваемого метода. При действии хлора, содержащегося в растворе, происходит образование пленки хлорной платины на поверхности зерен извлекаемого металла. Цинк, содержащийся в амальгаме, особенно энергично восстанавливает платину на поверхности частиц, и в этот момент последние покрываются слоем амальгамы. Амальгамированные с поверхности частицы легко смачиваются ртутью и в силу этого поглощаются

¹ И. Н. Плаксин. Обработка золотых руд. М., 1932, 201.

амальгамой (или ртутью), образуя полидисперсную систему, аналогичную амальгаме золота.¹

Первый метод амальгамации платины до настоящего времени имеет значительно больший опыт по применению его на промышленных установках. С точки зрения осуществления в лабораторных условиях его следует признать более удобным и простым. Как показали ниже приводимые опыты для дунитовых руд — первый метод дает весьма высокое извлечение платины. Ввиду этого, мы остановились на нем, как на основном для лабораторной методики амальгамационной пробы на платину.

Материалом для данного исследования послужила проба платиновых концентратов, полученных в результате обогащения на столах дунитовой платиновой руды, измельченной до 28 меш. Для такого мелкого материала, как концентрат, квартование без доизмельчения является надежным методом сокращения; согласно таблицы Ричардса² проба путем квартования и помощью делителя Джонса была сокращена для дальнейшего исследования. Для пробирного и минералогического анализов была отобрана средняя проба весом 800 г.

СОСТАВ КОНЦЕНТРАТОВ

Минералогический анализ указал, что преобладающей составной частью концентрата являются черные блестящие зерна и октаэдры хромистого железняка, на долю которых приходится около 60—65%. Черные зерна магнитного железняка, легко извлекающегося магнитом, составляют до 5%. Остальные 35% зерен, входящих в состав концентрата, представляют светлые зерна преимущественно оливина. Кроме того, встречаются буроватозеленые и бурые зерна змеевика. Карбонатов и сульфидов в составе концентрата не найдено.

Пробирный анализ³ был произведен для 800 г концентрата, измельченных до прохождения сита в 200 меш. В практике опробования платиновых руд мы применяем плавку трех параллельных проб, которые плавятся со следующей шихтой:

Концентрат	100 г
Глет	360 „
Сода	160 „
Бура	160 „
Кварц	360 „
Уголь	5 „
Хлористое серебро	0.5 „

¹ И. Н. Плаксин. Исследование состава и структуры амальгам золота. Сбор. Тр. Моск. горн. акад., М., 1930, 115.

² R. H. Richards. Ore dressing, v. II, 1909, ch. 19.

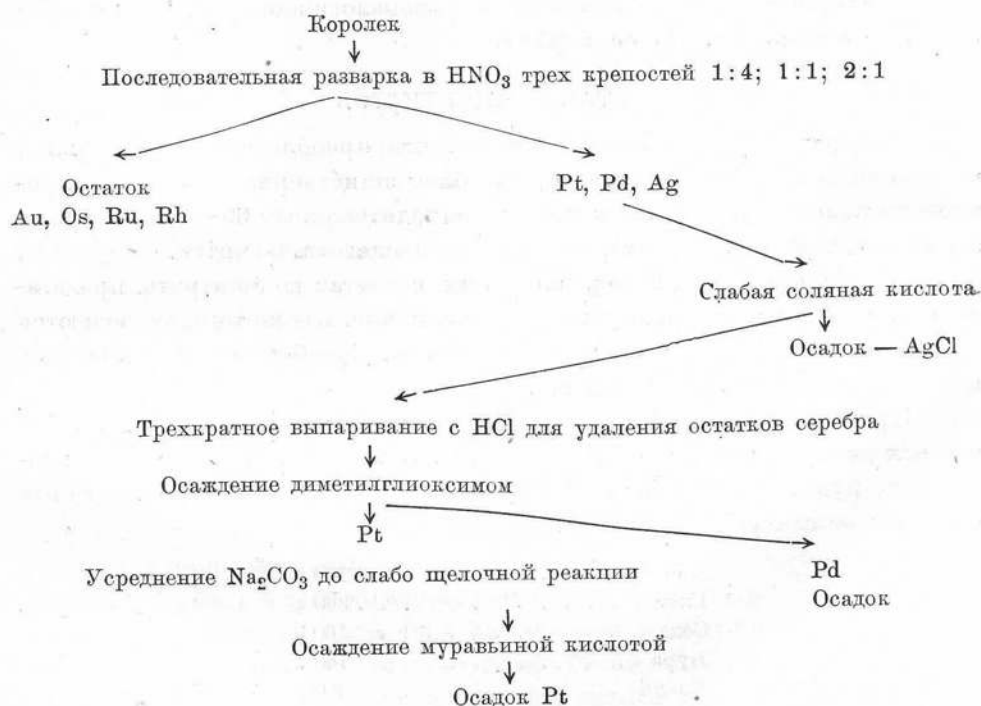
³ Davis. The detection a. estim. of platin. in orbs. Washing., 1921. Изв. Плат. инст., 4, 433; Н. Н. Барабошкин. Метод опробования платино-содержащих руд в Науч.-иссл. инст. Союззолото при Гос. Афин. зав. в Свердл. Журн. Прикл. хим., III, № 4, 638; О. Е. Звягинцев. Металлургия и технология платины и ее спутников. 1933, 16.

Добавление хлористого серебра имеет целью обеспечение полного растворения платины в азотной кислоте при последующем разваривании и уменьшение потерь платины при купелировании.

Введение серебра в форме соли делает возможным тесное смешение серебра с шихтой и благодаря этому в процессе плавки большое число жидких частиц серебра пронизывает расплавленную массу и способствует более полному коллектирующему действию серебра и свинца на платину, которые собирают ее в веркблей.

Пробы плавилась в течение часа, при температуре горна, постепенно повышающейся до 1300° , после этого следовал перегрев содержимого тигля в течение 15 минут.

Полученные веркблеи сокращались шерберованием до веса 20—25 г и затем купелировались при температуре муфеля, равной 1200° . Корольки разваривались по следующей схеме¹ разваривания платиновых корольков в азотной кислоте.



Муравьиная кислота количественно осаждает платину в виде черного осадка, легко поддающегося фильтрации. Осаждение производится при кипячении в течение около 40 минут. Отфильтрованный осадок прокаливается в неглазурованном тигельке и затем взвешивается на корольковых весах. Пробирный анализ отобранной пробы концентрата дал содержание платины в ней, равное 35.3 г/т.

¹ Davis, loc. cit.

АМАЛЬГАМАЦИЯ ПЛАТИНОВЫХ КОНЦЕНТРАТОВ БЕЗ
ПРЕДВАРИТЕЛЬНОЙ ОБРАБОТКИ

Как указывалось выше, опыты по амальгамации ставились по первому из рассмотренных методов. Для этой цели концентрат предварительно измельчался до — 65 меш. в шаровой мельнице Брауна.

Следует отметить, что для изученного дунитового концентрата таковая степень измельчения является, повидимому, достаточной для получения однородного продукта с равномерным распределением платиновых частиц, так как вторичное опробование концентрата, производившееся с пробой этой крупности помола, дало результат согласный с предыдущим (35 г/т). Если отбросить амальгамацию на плюзе, мало пригодную для данного случая опробования на платину, то лабораторная амальгамационная проба может быть осуществлена одним из трех способов:

- 1) агитационная проба в склянках,
- 2) амальгамация в ступке,
- 3) амальгамация в шаровой мельнице.

Первоначальной задачей работы являлась постановка сравнительных опытов при одинаковых условиях, для выяснения, который из вышеуказанных способов является наиболее подходящим для амальгамации платиновых руд.

Цинковая амальгама для амальгамации платины готовится нами следующим способом.

В небольшую фарфоровую ступку заливается отвешенное количество ртути, затем небольшими порциями добавляется мелко нарезанная цинковая стружка или просто цинковые пластинки, все это энергично растирается пестиком до окончания взаимодействия цинка со ртутью. Операцию повторяют до полного насыщения ртути цинком, т. е. доводят до того момента, когда амальгама делается твердой и хрупкой, Цинковая амальгама, употреблявшаяся обычно в наших опытах, содержала: 59.5% ртути и 40.5% цинка. Приготовленную амальгаму разбивают на мелкие куски и при употреблении тщательно перемешивают с сухой рудой, для более тесного контакта с частицами руды; в случае, если амальгаму загружать просто крупными кусками, то за время амальгамации она даже не разбивается и вследствие малой относительной поверхности оказывается не эффективной в процессе амальгамации.

Ввиду высокой растворимости медного купороса в слабом растворе серной кислоты, его загружают непосредственно в виде навески кристаллов.

1. Амальгамация по методу агитационной пробы

Первым методом, примененным нами для извлечения платины, является хорошо известная в металлургии золота — агитационная проба для извлечения амальгамацией благородных металлов, методика которой детально разработана Шервудом.¹

¹ Sharwood. Standard amalgamation test. Trans. of Amer. Inst. Min. Eng., LII, 1915, 153.

Ввиду этого нами прежде всего детально были изучены результаты применения к платиновым концентратам агитационной пробы. Не останавливаясь на общих деталях хорошо известной методики, отметим, что агитация велась в склянках на агитаторе типа Лейца при введении вышеуказанных реактивов, необходимых для создания условий поверхностной амальгамации. Детальная характеристика поставленных опытов приведена в табл. 1.

Таблица 1

Амальгамация по методу агитационной пробы
Навеска концентрата 100 г; измельчение — 65 меш.

	H_2SO_4 уд. в. 1.81 в куб. см	$CuSO_4$	Zn-ая амаль- гама	Ртуть	Всего	Продолжит. в часах	ж : т	Содержание (и присадка)		% извлечения
		в г р а м м а х						в амаль- гаме	в хвостах	
Загружено . . .	0.075	0.075	1	7.5	8.5	2	5:1	—	—	—
Выгружено . . .	—	—	—	—	8.36	—	—	—	—	—
Присадка серебра	—	—	—	—	—	—	—	0.5 г. мет. се- ребра	0.5 г AgCl	—
Содержание пла- тины г/т . .	—	—	—	—	—	—	—	—	15 г/г	56

Рассматривая результаты этих опытов, нельзя не констатировать низкого извлечения, составляющего 56%; такое извлечение, безусловно, ниже тех средних цифр, которые достижимы при амальгамации платиновых концентратов и руд.

Кроме этого, нужно заметить, что амальгамация в условиях агитационной пробы сопровождается сильным пемзованием ртути, состоящим в том, что ртуть разбивается на мелкие шарики, не соединяющиеся воедино. На поверхности ртути образуется черная пленка; очевидно, такое большое пемзование объясняется присутствием H_2SO_4 и $CuSO_4$ и вызвано еще в значительной степени сильным взбалтыванием пробы во время агитации.

Значительное пемзование безусловно связано с потерями, и в лабораторных условиях представляется затруднительным точно отмыть требуемое количество ртути. Последние причины побудили нас, не детализируя условий применения агитационной пробы, перейти к изучению других методов лабораторной амальгамации.

2. Амальгамация в фарфоровой ступке

Навеска концентрата в 500 г, измельченная до 65 меш. смешивается с водой в таком отношении, чтобы масса представляла собой не очень

густую тестообразную смесь; в этой пробе важно достигнуть соответствующего отношения жидкость: твердое (ж : т), так как в случае избытка воды, ртуть собирается на дне ступки и, оставаясь там во время растирания пробы, не извлекает достаточно большого количества металла.

В случае недостатка воды, ртуть разбивается на мельчайшие капли и также не приходит равномерно в соприкосновение со всей массой пробы.

После прибавления нужного количества воды, проба растирается пестиком ступки в течение 2 часов.

При амальгамации в ступке также замечено пенное состояние ртути, но уже в значительной степени меньше, чем в агитационных пробах. Результаты опытов показали резкое снижение извлечения по сравнению с амальгамацией по методу агитационной пробы. Ввиду этого указанный метод амальгамации также не может быть рекомендован.

3. Амальгамация в шаровой мельнице

Опыты по амальгамации производились в небольшой фарфоровой мельнице с кварцевой галей.

Навеска концентрата в 500 г перемешивалась с цинковой амальгамой и затем добавлялась вода для создания необходимого отношения ж : т.

После этого в мельницу последовательно вводились: ртуть, CuSO_4 и серная кислота. Результаты и условия амальгамации (в близко сошедших параллельных пробах) приведены в табл. 2.

Таблица 2

Первый вариант. Амальгамация в фарфоровой шаровой мельнице

	H ₂ SO ₄ уд. в. 1.84 в куб. см	CuSO ₄	Zn-ая амаль- гама	Ртуть	Всего	Продолжит. в часах	ж : т	Содержание (и присадка)		°/о извлечения
		в г р а м м а х						в амаль- гаме	в хвостах	
Загружено . . .	0.33	0.38	5	37.5	42.5	2	0.7 : 1	—	—	—
Выгружено . . .	—	—	—	—	42.4	—	—	—	—	—
Присадка серебра	—	—	—	—	—	—	—	0.5 пласт. Ag	0.5 AgCl	—
Содержание пла- тины г/т . . .	—	—	—	—	—	—	—	13.84 г/т	20.8 г/т	39

Примечание. Загружено 14 галей.

При отмывке амальгамы наблюдалось, что пемзование ртути значительно меньше, чем в опытах, проведенных в склянках и в ступке; очевидно, это объясняется более спокойным и равномерным перемешиванием пробы гальями, причем ртуть менее распыляется, чем в бутылочных пробах. Ввиду этого условия амальгамация в фарфоровой мельнице с введением небольшого количества кварцевых галь (улучшающих условия перемешивания) были признаны нами весьма удобными для осуществления в лабораторных условиях амальгамационной пробы на платину.

Наряду с этим, из полученных результатов очевидно, что условия данного опыта не обеспечивают достаточно высокого % извлечения. Поэтому явилось необходимым изменить условия в сторону увеличения количества реактивов по отношению к навеске обрабатываемого материала. Дальнейшие опыты производились с пробой концентрата той же руды, но с несколько более высоким содержанием платины. Вообще говоря, платина в концентрате распределена не вполне равномерно, и поэтому каждый опыт проверялся по балансу металла в амальгаме и хвостах. В результате опробования II пробы в ней установлено содержание платины равное 50.25 г/т.

Все дальнейшие опыты проводились с этим материалом.

Таблица 3

Второй вариант. Амальгамация в фарфоровой мельнице
Навеска концентрата 500 г

	H ₂ SO ₄ уд. в. 1.84 в куб. см	CuSO ₄	Zn-ая амаль- гама	Ртуть	Всего	Продолжит. в часах	ж. т	Содержание (и присадка)		% извлечения
		в г р а м м а х						в амаль- гаме	в хвостах	
Загружено . . .	0.5	0.5	5	32	37	2	0.7:1	—	—	—
Выгружено . . .	—	—	—	—	36.85	—	—	—	—	—
Присадка серебра	—	—	—	—	—	—	—	0.4 Ag	0.4 AgCl	—
Извлечение платины г/т . . .	—	—	—	—	—	—	—	25 г/т	24.78 г/т	50

Следующие опыты поставлены в тех же условиях, как и опыты по второму варианту, но в них увеличено количество вводимого медного купороса, для выяснения влияния этого реактива на извлечение. Результаты опытов представлены в табл. 4.

На основании опытов, проведенных по второму и третьему вариантам, видно, что извлечение в паровой мельнице, по сравнению с первым опытом, повысилось на 11—13%; это повышение позволяет предполагать, что увеличение количества реактивов улучшает условия амальгамации.

Таблица 4

Третий вариант. Амальгамация в фарфоровой мельнице

Навеска концентрата 500 г

	H_2SO_4 уд. в. 1.84 в куб. см	$CuSO_4$	Zn-ая амаль- гама	Ртуть	Всего	Продолжит. в часах	ж : т	Содержание (и присадка)		% извлечения
		в г р а м м а х						в амаль- гаме	в хвостах	
Загружено . . .	0.5	1	5	82	37	2	0.7 : 1	—	—	—
Выгружено . .	—	—	—	—	36.85	—	—	—	—	—
Присадка серебра	—	—	—	—	—	—	—	0.4 Ag	0.4 AgCl	—
Извлечение пла- тины г/т . . .	—	—	—	—	—	—	—	25.05 г/т	23.1 г/т	50

Для установления оптимального значения количества последних, дальнейшие опыты поставлены при изменении условий в сторону еще большего повышения количества вводимых реактивов (в том числе и ртути — до 20% от веса концентрата). Продолжительность амальгамации и отношение жидкого к твердому в этих опытах оставлено тем же.

Необходимо отметить, что пемзование ртути имело место в последующих пробах в одинаковой степени и значительно затрудняло отмывку амальгамы.

Таблица 5

Четвертый вариант. Амальгамация в фарфоровой мельнице

Навеска 500 г

	H_2SO_4 уд. в. 1.84 в куб. см	$CuSO_4$	Zn-ая амаль- гама	Ртуть	Всего	Продолжит. в часах	ж : т	Содержание (и присадка)		% извлечения
		в г р а м м а х						в амаль- гаме	в хвостах	
Загружено . . .	0.5	2	20	80	100	2	0.7 : 1	—	—	—
Выгружено . . .	—	—	—	—	90.7	—	—	—	—	—
Присадка серебра	—	—	—	—	—	—	—	0.4 Ag	0.4 AgCl	—
Содержание платины г/т . . .	—	—	—	—	—	—	—	20.05 г/т	22.3 г/т	55.4

По сравнению с предыдущими вариантами заметно повышение извлечения на 5.4%. Одновременно с этим данный вариант характерен сильным пемзованием ртути. Если в лабораторных условиях предста-

вляется возможным более или менее точно отмыть амальгаму от хвостов, то в условиях производственного масштаба такое пемзование, безусловно, будет связано с значительными потерями ртути в хвостах, а, следовательно, будет снижаться и процент извлечения платины.

Поэтому наряду с изысканием нормальных условий амальгамации для получения достаточно высокого извлечения, необходимо устранить причины пемзования ртути.

Влияние измельчения на извлечение платины. Для выяснения влияния крупности помола на извлечение платины и на пемзование ртути (в данном случае амальгамационной пробы) был поставлен опыт с концентратом, измельченным до 100 меш.

Опыт производился в шаровой мельнице Брауна с навеской руды в 1 кг. Остальные условия почти не были изменены (табл. 6).

Таблица 6

Амальгамация в шаровой мельнице при измельчении — 100
Навеска 1 кг

	H ₂ SO ₄ уд. в. 1,84 в куб. см	CuSO ₄	Zn-ая амаль- гама	Ртуть	Всего	Продолжит. в часах	ж : т	Содержание (и присадка)		0/о извлечения
		в г р а м м а х						амаль- гаме	в хвостах	
Загружено . . .	1	1	20	180	200	2	0,7 : 1	—	—	—
Выгружено . . .	—	—	—	—	199,3	—	—	—	—	—
Присадка серебра	—	—	—	—	—	—	—	0,4 Ag	0,4 AgCl	—
Содержание пла- тины г/т . .	—	—	—	—	—	—	—	20 г/т	25,75 г/т	50

Данный опыт дает возможность судить о результатах видоизменения метода. Очевидно, что извлечение не повышается при дополнительном измельчении до 100, и с этой стороны оно излишне. Что касается пемзования ртути, то последнее даже значительно увеличилось, хотя это можно отнести за счет условий амальгамации в шаровой мельнице, где безусловно происходило более сильное перемешивание и распыление ртути, чем в фарфоровой.

Таким образом, окончательно выяснен вопрос, что для амальгамации данного концентрата выгодным измельчением является 65. Несомненно, что основным критерием для установления оптимального измельчения являются следующие факторы: 1) характер вкрапления зерен платины во вмещающую породу, и 2) физико-химические условия образования дисперсной системы платины во ртути.

Результаты данного опыта позволяют установить, что для обнажения платиновых зерен, заключенных в данной дунитовой породе, не требуется тонкого измельчения. Наряду с этим, так же как и в случае амальгамации зерен металлического золота, значительное измельчение является излишним для образования дисперсной системы платины во ртути.

На основании произведенных опытов убеждаемся, что незначительные колебания в сторону уменьшения или увеличения добавки реактивов, почти не изменяют извлечения платины; следовательно, можно считать, что данные условия не являются достаточно благоприятными для более полного извлечения платины по причине других факторов, определяющих успех амальгамации.

Очевидным является предположение, что поверхность платиновых частиц для процесса амальгамации недостаточно очищена и только часть частиц амальгамируется свободно. В золотых рудах для обнажения мелких частиц золота применяется более тонкое измельчение.

Для нашего случая дополнительное тонкое измельчение, как показал опыт, не дает положительных результатов, следовательно, необходимо другими путями очистить поверхность зерен платины и сделать ее доступной амальгамации.

АМАЛЬГАМАЦИЯ ПОСЛЕ ПРЕДВАРИТЕЛЬНОЙ ОБРАБОТКИ РАСТВОРОМ СЕРНОЙ КИСЛОТЫ

Амальгамация в первой своей стадии сводится к поверхностному смачиванию ртутью частиц благородного металла.

Улавливание ртутной фазой частиц поверхностно амальгмированного металла может быть объяснено явлением избирательного смачивания ртутью частиц, подвергшихся поверхностной амальгамации в силу причин, указанных выше (стр. 2). Другие минеральные частицы, входящие в состав пульпы, не претерпевают такого изменения их поверхности под действием вводимых реагентов и в силу этого ртутью не смачиваются. Этим следует объяснить¹ избирательный процесс, приводящий к образованию амальгамы платины.

Изложенные теоретические соображения побуждают придать особое значение состоянию поверхности платиновых частиц при осуществлении амальгамации.

Загрязненная поверхность частиц платины может обусловить неудачу амальгамации, так как слой окислов или других загрязняющих примесей прекращает действие реагентов, подготавливающих поверхность частицы к смачиванию ее ртутью.

Зерна платины, вкрапленные в исследованную нами руду, следует отнести, согласно классификации самородных платиновых металлов, дан-

¹ И. Н. Плаксин. Обработка золотых руд. М., 1932, 60 и 201—202.

ной акад. В. И. Вернадским¹ к α -ферроплатине, входящей в группу ферроплатины. Такого рода зерна самородной платины содержат обычно 14—20% железа.

В работе С. Ф. Жемчужного² детально рассмотрены условия образования пленок (в некоторых случаях — корок)³ окислов железа на поверхности железистой платины. Для изученного нами случая амальгамации платины трудно предположить наличие значительных корок или толстого слоя окислов на отдельных зернах платины. Наоборот такое предположение следует отвергнуть. Наряду с этим является весьма вероятным, что некоторые зерна, входящие в состав концентрата покрыты пленкой окислов железа. Такая пленка, будучи весьма тонкой, в то же время может препятствовать воздействию реактивов на поверхность частицы платины. Она может образоваться не только в озмеевикованных участках дунитных массивов, но даже — в процессе мокрого измельчения, обогащения и в течение последующего хранения влажного концентрата.

Ввиду этого наше внимание было в дальнейшем сосредоточено на подготовке поверхности частиц платины к процессу амальгамации. В лабораторных работах по изучению самородной платины такого рода слой окислов снимается соляной кислотой и, в некоторых случаях, разбавленным раствором ее.⁴

Имея в виду применение принципа выполняемых лабораторных исследований в производственной практике, мы провели дальнейшие работы по амальгамации с предварительным осветлением поверхности путем обработки слабым раствором серной кислоты. Концентрация растворов кислоты находилась в пределах 0,37—0,92% H_2SO_4 .

С предварительной обработкой кислотой был проведен ряд опытов, которые дали весьма положительные результаты.

Опыт 1. Предварительная обработка раствором кислоты производилась путем агитации навесок концентрата со слабым раствором кислоты, взятым в следующем соотношении:

Концентрата	50 г
Воды	1 л
H_2SO_4 (уд. в. 1,84)	2 куб. см

Агитация проб производилась в течение двух часов.⁵

¹ В. И. Вернадский. История минералов земной коры. 1927, I, вып. 2, 250; О. Е. Звягинцев. Металлургия и технология платины и ее спутников. 6, 1933; Н. Н. Высоцкий. Платина и районы ее добычи. II, 1923, 112—114.

² С. Ф. Жемчужный. Исследование структуры самородной платины. 1920, стр. 26—28.

³ В. И. Вернадский. Опыт опис. минерал. 1909, ст. 231; Н. К. Высоцкий. Месторожд. платины Исов. и Нижнетагильск.

⁴ С. Ф. Жемчужный. Исследование структуры самородной платины, 1920, стр. 28.

⁵ После добавления кислоты склянки следует держать открытыми минут 15, во избежание повышения давления внутри склянок в течение агитации.

После агитации жидкость быстро сливалась через фильтр, и пробы промывались несколько раз чистой водой для удаления кислоты. Затем пробы высушивались и подвергались амальгамации в форфоровой мельнице в условиях, установленных вышеприведенными опытами.

Результаты амальгамации представлены в табл. 7.

Таблица 7

Амальгамация после предварительной обработки 0.37% раствором серной кислоты

	H ₂ SO ₄ ул. в. 1.84 в куб. см	CuSO ₄	Zn-ая амаль- гама	Ртуть	Всего	Продолжит. в часах	ж : т	Содержание (и присадка)		% извлечения	
		в г р а м м а х						в амаль- гаме	в хвостах		
Загружено . .	1.5	2	10	200	210	2	1 : 1	—	—	—	
Выгружено . . .	—	—	—	—	209	—	—	—	—	—	
Присадка серебра	—	—	—	—	—	—	—	0.8 г Ag	0.6 AgCl	—	
Извлечение пла- тины г/т . . .	—	—	—	—	—	—	—	40.3 г/т	11.13 г/т	79	

Результаты опыта показывают, что извлечение платины значительно повысилось. Очевидно, серная кислота осветляет грани платиновых частиц и делает их доступными амальгамации. Уже на основании этого можно было предположить, что следующие опыты с более продолжительным выщелачиванием серной кислотой могут еще повысить извлечение.

Необходимо отметить, что в проведенном опыте: 1) пемзование ртути было весьма незначительно; 2) совершенно не наблюдалось на поверхности темных пленок; 3) поверхность ртути была чистая; 4) отмывка амальгамы была произведена быстрее.

Это можно объяснить тем, что проба после амальгамации тщательно промывалась водой и для нейтрализации остатков кислоты добавлялось несколько капель раствора NaOH. Кроме того, в некоторой степени на уменьшение пемзования влияло и предварительное выщелачивание серной кислотой. Для установления условий, при которых наблюдается лишь незначительное пемзование ртути, было поставлено два сравнительных опыта: первый с выщелачиванием серной кислотой и промывкой хвостов от амальгамации; второй — без выщелачивания и без промывки хвостов.

На основании последних опытов установлено, что предварительная обработка раствором серной кислоты значительно снижает пемзование ртути, но окончательно это явление может быть устранено только непосредственной промывкой пробы чистой водой после выщелачивания, до устранения следов кислоты и затем промывкой хвостов от амальгамации водой с небольшим количеством щелочи.

Важно производить промывку сразу после выгрузки из мельницы, и затем уже приступать к отмывке амальгамы. Если же проба не отмывается сразу, то последующая отмывка, даже с NaOH не дает желательных результатов.

Таким образом, осуществление амальгамационной пробы в фарфоровой мельнице производится следующим образом: высушенную после обработки серной кислотой пробу тщательно перемешивают с цинковой амальгамой и загружают в мельницу; затем добавляют требуемое количество воды, раствора медного купороса, серной кислоты и ртути. Заложив 7—8 кварцевых галь, мельницу закрывают, и проба подвергается амальгамации в течение 2 часов.

После амальгамации пробу выгружают и немедленно промывают холодной водой (как указано выше) с добавкой NaOH . Промывных вод должно быть не меньше трех, лучше, если промыть 5—6 раз. Во время промывки пробу (в фарфоровой чашке) встряхивают кругообразным движением; в результате этого ртуть собирается на дне чашки и ее затем легко отделить от массы концентрата.

После промывки приступают к отмывке амальгамы. Методика этой операции уже достаточно известна в исследовании¹ золотых руд, поэтому на ней останавливаться не будем.

Необходимо отметить еще одну важную деталь, относящуюся к последним пробам. Когда содержание платины в амальгаме не было значительным, корольки амальгамы можно было разваривать в азотной кислоте, так как достаточная присадка серебра обеспечивала растворение платины. С увеличением количества платины в амальгаме явилась необходимость увеличения присадки серебра, но даже навеска серебра в 1.5 г не являлась достаточной, а последующее увеличение ее повлекло за собой большую засаду свинца после купелирования, что безусловно делало ненормальными условия разваривания.

Поэтому корольки амальгам необходимо разваривать: или 1) в серной кислоте (по нижеуказанной схеме) или 2) в азотной кислоте по следующему методу.

К амальгаме делается присадка серебра в 1.2 г. Затем после купелирования при высокой температуре муфеля (1800°), корольки как обычно развариваются в азотной кислоте. При этом часть платины растворяется, часть остается в виде черного осадка. С фильтратом проделывают все операции, указанные в схеме № 1 разварки корольков.

Отфильтрованный же остаток прокаливают для озолотения фильтра и затем растворяют в царской водке. Если имеется золото, то его осаждают щавелевой кислотой, затем для отделения палладия прибавляют диметилглиоксим и отфильтровывают.

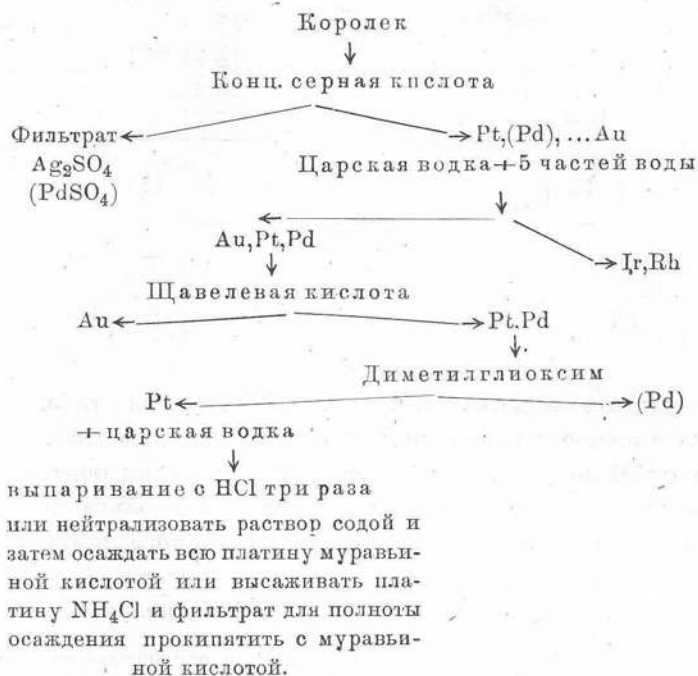
К фильтрату добавляют царскую водку, выпаривают с соляной кислотой для удаления следов азотной кислоты. После этого пробу нейтрализуют содой и кипятят с муравьиной кислотой до полного осаждения платины.

¹ В. Я. Мостович. Методика исследования золотосодержащих руд. М., 1932, 81; Гамильтон. Руководство по цианированию золотых и серебряных руд. М., 1932, 181.

Вариант разваривания корольков. Выше описанный способ можно считать достаточно точным, но отрицательной стороной его является большая продолжительность операций.

Как уже указано выше, может быть применен также метод разваривания в серной кислоте. Таковой применяется нами по следующей схеме.

Схема разваривания корольков в серной кислоте



Метод также весьма точный, но и в нем имеется не менее существенный недостаток: при купелировании в корольках остается обычно засада свинца. Этот свинец растворяется в крепкой серной кислоте при разваривании, но когда пробу разбавляют водой перед последующим фильтрованием, то свинец выпадает в виде $PbSO_4$ и делает невозможным отделение платинового осадка. Для растворения $PbSO_4$ необходимо добавлять уксусно-кислый аммоний в присутствии аммиака, что усложняет схему разваривания.

Опыт 2 имел целью установить влияние продолжительности контакта с H_2SO_4 (при выщелачивании) на извлечение. Время агитации в данном опыте принято равным 12 часам.

Для выщелачивания приняты следующие соотношения:

Концентрат (—65)	504 г
Вода	1 л
Серная кислота (1.84)	3.5 куб. см

Две параллельные пробы подвергались агитации с раствором серной кислоты в течение 12 часов, затем следовал контакт (пробы стояли) с раствором в течение 12 часов. Общее время выщелачивания и контакта составляло, таким образом, 54 часа.

После выщелачивания пробы тщательно промывались водой до уничтожения следов кислоты, затем просушивались и подвергались амальгамации.

Таблица 8

Амальгамация после предварительной обработки 0.63% раствором серной кислоты

	H ₂ SO ₄ уд. в. 1,84 в куб. см	CuSO ₄	Zn-ая амаль- гама	Ртуть	Всего	Продолжит. в часах	ж : т	Содержание (и присадка)		°/о извлечения
		в г р а м м а х						в амаль- гаме	в хвостах	
Загружено . . .	1.5	2	10	80	90	2	1 : 1	—	—	—
Выгружено . . .	—	—	—	—	89.9	—	—	—	—	—
Присадка серебра	—	—	—	—	—	—	—	0.7 + 0.6	0.8	—
Содержание пла- тины г/т . . .	—	—	—	—	—	—	—	48.1 г/т	Следы	96

В результате опытов, как можно видеть из табл. 8, получилось весьма высокое извлечение, для отдельных навесок находившееся в пределах от 94 до 96%, пемзование ртути при этом почти не наблюдалось. Очевидно, принятые в опытах условия амальгамации являются весьма благоприятными для осуществления данного процесса. Необходимо остановиться на влиянии концентрации кислоты при выщелачивании. С целью изучения данного вопроса был поставлен опыт № 3.

Опыт 3. Выщелачивание осуществлялось при следующих соотношениях:

Концентрата 504 г
Воды 1 л
 H_2SO_4 5 куб. см

Концентрация раствора серной кислоты составляла 0.92% H_2SO_4 ; при добавлении серной кислоты замечалось значительное выделение сероводорода из образовавшейся смеси. Предварительная обработка раствором серной кислоты велась при агитации в течение 12 часов и при дополнительном стоянии с серной кислотой в течение 19 часов.

Амальгамация велась в тех же условиях, как и в предыдущем (2-м) опыте. Отношение ж : т принималось равным 1:2 и продолжительность амальгамации составляла 2 часа.

После амальгамации, несмотря на тщательную промывку водой, замечалось настолько сильное пемзование ртути, что в одной пробе невозможно было отмыть амальгаму, а во второй она была отмыта со значительными потерями.

Пробирный анализ продуктов этой пробы дал содержание платины:

в амальгаме 32 г/т
в хвостах 20 г/т

Таким образом, извлечение в этих условиях составляет 64%. Очевидно, большее количество серной кислоты только вредит процессу, вызывая сильное пемзование ртути и извлечение в этих условиях понижается.

Для проверки результатов и уточнения условий опыта № 2 был поставлен ряд проб. Извлечение в этих пробах находилось в пределах 97.1—90.0%.

Очевидно, что условия опыта № 2 являются весьма благоприятными для осуществления амальгамации, и поэтому на них следует остановиться.

Вышеприведенные две серии опытов дают возможность установить оптимальные условия осуществления амальгамационной пробы на платину в применении к зернам железистой платины (α и β ферроплатины по классификации акад. В. И. Вернадского) и предложить объяснение тех причин, которые определяют метод осуществления данного процесса в условиях лабораторного исследования.

ВЫВОДЫ

1) Для успешной амальгамации железистой платины необходима предварительная подготовка платиновых зерен путем обработки слабым раствором серной кислоты, концентрация которого находится в пределах 0.37—0.63% H_2SO_4 . Такого рода обработка необходима с целью снятия пленки окислов железа с поверхности платиновых частиц.

Длительность рекомендуемой обработки составляет 12 часов агитации с указанным раствором при последующем контакте концентрата с кислотой в течение 1—2 суток. Последние цифры естественно будут несколько колебаться в зависимости от минералогического состава концентрата.

2) Извлечение платины из концентратов по данному методу составляет 90—97.1%. Такого рода извлечение следует объяснить достаточно полным обнажением металлических зерен при измельчении — 60 и тщательностью подготовки поверхности последних к процессу амальгамации при осуществлении лабораторной пробы.

3) В работе изучены варианты различных методов пробирного анализа, применяемых при осуществлении амальгамационной пробы.

4) На основании вышеприведенного в пп. 1—3 выводов и типичных реактивных смесей, установленных в опыте № 2 последнего раздела, можно установить главные условия осуществления амальгамационной пробы.

5) Процессы, происходящие при осуществлении амальгамационной пробы на платину, рассмотрены в данной работе с точки зрения дисперсного строения амальгамы и с точки зрения теории поверхностных явлений, происходящих при смачивании ртутью металлических частиц, увлекаемых в амальгаму.

Москва.

Лаборатория золота и платины
Института цветных металлов и золота.

Июнь 1932 г.

(Поступило в Редакцию 20 февраля 1933 г.).