

Определение малых количеств золота, серебра и платиновых металлов в материалах, богатых содержанием меди ¹⁾.

C. W. Davis.

Сокращенный перевод с английского В. В. Лебединского.

Введение.

Для определения золота и серебра в материалах, содержащих значительные количества меди, обычно употребляются два метода: один „чисто сухой“ метод и другой „комбинированный“ („мокрый с сухим“) метод.

Было найдено, что чисто сухой тигельный метод, при котором употребляют избыток флюса, является удовлетворительным в тех случаях, когда содержание меди в руде менее 6% (Loevy, I. J. Zur Edelmetallbestimmung in hochprozentigen Kupfererzen: Chem. Ztg. Jahrg. 35. 1911, p. 278) или когда содержание драгоценных металлов настолько велико, что для анализа можно употреблять очень маленькие образцы. В последнем случае прибавляется кремнезем, до тех пор, пока не получится достаточно низкое содержание меди. Если в руде присутствует более 6% меди, то получающийся при сплавлении в тигле королек свинца должен быть повторно ошлакован прежде, чем его подвергать дальнейшему купелированию. Повторное шлакование не только утомительно и скучно, но оно может также явиться причиной некоторой потери драгоценных металлов в виде шлака. В комбинированном методе медь растворяется, а остающиеся в остатке золото и серебро определяются сухой пробой. Некоторые комбинированные методы хотя и дают удовлетвори-

¹⁾ Reports of Investigations. Bureau of Mines U. S. A. March 1921. Ser. № 2028.

тельные результаты для золота и серебра, однако они не применимы, когда требуется определение также и платиновых металлов.

Так как материалы, содержащие платину, часто богаты также и медью, то автору казалось не безынтересным изучение методов, которые могли бы быть применены для определения в таких материалах малых количеств золота, серебра и платиновых металлов.

Оценка платиновых руд (определение платины в рудах) по методу сухой пробы было описано в статье, помещ. выше (стр. 433) (Davis, C. W. The detection and estimation of platinum in ores: U. S. Bureau of Mines. Tech. Paper 270, 1921); настоящая же статья, которая является дополнением к вышеуказанной статье, касается главным образом применения комбинированных методов, начиная их с того момента, когда должна применяться уже сухая проба.

Метод для окисленных руд.

Описанная ниже обработка окисленных медных руд основывается на том факте, что медь в подобного рода материалах растворима в серной кислоте, тогда как серебро, золото и платиновые металлы, как общее правило, не подвергаются действию этого реагента.

Испытуемый образец, состоящий из пробирной тонны¹⁾ растертой в мелкий порошок, нагревается в стакане с 500 куб. см. 1:10 серной кислоты (1 часть концентрированной серной кислоты на 10 частей воды). Горячее настаивание должно быть закончено в течение около 15 минут, затем, для осаждения серебра, которое может присутствовать в растворе, прибавляется достаточное количество хлористого натрия и, после перемешивания в течение одной или двух минут, прибавляется 5 капель 10% раствора иодистого калия для осаждения палладия. Это количество иодистого калия осаждает около 6 мгр. палладия. Раствор нагревается до кипения и затем к нему прибавляется насыщенный раствор уксуснокислого свинца для того, чтобы помочь осаждению мелко раздробленных металлов. Иодистый калий осаждает весь палладий и увлекает также незначительные количества меди. Большой избыток иодистого калия, однако, снова

¹⁾ Пробирная тонна = 29,166 гр. (Примечание переводчика).

растворяет палладий. Хотя серебро и палладий обычно получают в нерастворимом состоянии, так что прибавление осаждающих веществ могло бы быть и не обязательным, однако, в целях предосторожности все же лучше прибавить хлористого натрия и иодистого калия.

Дав постоять до просветления (предпочтительно в течение ночи), медный раствор декантируют через бумажный фильтр и промывают горячей водою; следует позаботиться о том, чтобы раствор был достаточно разбавленным, во избежание кристаллизации сернокислой меди на фильтре, так как иначе она может растянуть поры бумаги и вызвать прохождение мелких частичек металла через фильтр. Остаток извлекается свежей порцией серной кислоты (1:10) для того, чтобы растворить оставшуюся медь и фильтраты обрабатываются, как указано выше, для того, чтобы уловить растворившееся серебро. Удаление всей меди не является необходимым, однако, ее содержание в остатке не должно быть большим.

Когда таким образом достаточное количество меди будет удалено, остаток переносится на фильтр. В тигель из огнеупорной глины кладется пробная тонна глета и сверху помещается влажный фильтр с осадком. Тигель осторожно, понемногу нагревается, затем температура поднимается до тех пор пока фильтр не сгорит. Тогда тигель закрывается, извлекается из горна и охлаждается. Затем материал смешивается с подходящим плавнем и анализируется по методу сухой пробы. Если определяют только золото и серебро, то можно употреблять общий метод сухой пробы; но если требуется определить и платиновые металлы, то следует пользоваться специальным методом, который описан мною в технической статье: Davis, C. W., The detection and estimation of platinum in ores: U. S. Bureau of Mines Tech. Paper 270, 1921.

Метод для сернистых руд.

Комбинированные методы, обычно употребляющиеся для определения золота и серебра в медных сульфидных рудах, являются неудовлетворительными когда должны быть определены и платиновые металлы, так как эти методы, как, например, метод Van. Liew (Van. Liew, R. W. Losses in the determination of gold and silver in copper bullion, their causes and method for overcoming them: Eng. Min. Journ. Vol. 69, 1900, p. 498), упо-

требляют азотную кислоту, которая растворяет палладий, если последний присутствует в руде.

Нами был поставлен целый ряд опытов для того, чтобы найти растворитель, который извлекал бы медь из сернистой медной руды, не действуя, однако, при этом на драгоценные металлы. Обещающим наибольший успех из всех испытанных реагентов оказалась смесь 10 частей 3% перекиси водорода с 1 частью серной кислоты (уд. в. 1,84) по объему.

Для того, чтобы сернистую руду превратить в такую форму, в которой медь была бы растворима в разбавленной серной кислоте, употребляют предварительное прокаливание руды.

Для этой цели пробирная тонна помещается в сосуд для прокаливания такого размера, чтобы материал можно было перемешивать, не боясь рассыпать его. Материал осторожно прокаливается при постоянном перемешивании; температура сначала должна быть низкой и постепенно подниматься до тех пор, пока, наконец, не достигнет темно-красного каления; температура не должна во всяком случае превышать 600° С. Перемешивание производится при помощи согнутой железной проволоки. Если материал растрескивается, его следует покрыть сверху перевернутым сосудом для прокаливания до тех пор, пока не исчезнет опасность потери. Если вследствие слишком быстрого нагревания руда начинает плавиться, то прибавляют новое количество образца и прокаливают с большой осторожностью. Когда по запаху нельзя более обнаружить выделения сернистого газа, руда охлаждается и далее обрабатывается совершенно так же, как это указано в методе для окисленных руд.

Метод для слитков.

Автор старался подобрать такой растворитель, который растворял бы металлическую медь, не действуя на мелко раздробленные платиновые металлы. После некоторых неудач было найдено, что в случае совместного присутствия этих металлов, таким реагентом оказалась смесь, состоящая из 1 части концентрированной серной кислоты и 10 частей 3% перекиси водорода. Однако, когда металлы сплавлены с медью, то палладий переходит в раствор вместе с медью, но он может быть осажден при помощи иодистого калия после предварительного разрушения большей части перекиси водорода кипячением и разложением оставшейся части ее железным купоросом.

Образчик медного слитка по возможности более тонко измельчается (хорошие результаты получаются путем распиливания маленьких брусков или слитков металла и употребления получающихся при этом опилок) и обрабатывается смесью 10 частей 3% перекиси водорода с 1 частью концентрированной серной кислоты. На пробирную тонну материала требуется около 600 куб. см. смеси. После того, как материал почти нацело растворится, смесь кипятят в течение около $\frac{1}{2}$ часа для удаления большей части перекиси водорода и для полного восстановления прибавляют железного купороса. Затем прибавляют хлористого натрия и далее поступают так, как указано в методе для окисленных руд.

Если металлы после предварительной обработки плохо растворяются, то можно растворить медь (вместе с серебром, палладием и другими металлами) в азотной кислоте, раствор выпарить досуха, остаток прокалить и обработать разбавленной серной кислотой для удаления меди.

К образцу медного слитка, находящегося в закрытом стакане, постепенно прибавляется концентрированная азотная кислота до тех пор, пока материал не разложится сполна. Каждые 3 грамма меди требуют около 14 куб. см. азотной кислоты (уд. в. 1,42). Раствор затем выпаривается досуха на водяной бане, стакан помещается на железной сетке и нагревается до 450° С. (или выше) до тех пор, пока не будет более заметно выделения дыма (нужная температура получается, когда сетка под стаканом нагрета до красного каления). Остаток затем перемешивается стеклянной палочкой и нагревается в течение $\frac{1}{2}$ часа. Медь при этом окисляется, и все образовавшиеся нитраты разрушаются при нагревании. Хотя осмий, который может присутствовать в руде, переходит при этом в четырехокись и улетучивается, однако при сухой пробе он все равно теряется. Прокаленный материал извлекают теплой разбавленной (1:10) серной кислотой и далее поступают, как указано при обработке окисленных руд.

Медные слитки можно разлагать также нагреванием с концентрированной серной кислотой или плавлением с сернокислым аммонием, прокаливанием и извлечением разбавленной серной кислотой; однако, выпаривание серной кислоты очень продолжительно, а плавление требует большого избытка плавня для превращения всей меди в растворимую форму.