

Опробование хвостов цианистых заводов.

Из Металлургической Лаборатории I Томского Технологического Института.

(С 1 диаграммой).

В практике цианистого процесса существует два способа определения процента извлечения золота из золото-содержащих материалов (руд, эфелей и илов):

1, опробование цианистых растворов, поступающих на осаждение золота в экстракторы, и

2, опробование хвостов.

Благодаря технической сложности применения первого способа эфельные заводы в большинстве случаев пользуются вторым способом. При работе в заводском масштабе опробование растворов требует пробы раствора, отвечающей по количеству и содержанию золота всем растворам, полученным от обработки только одного чана. Изолировать работу чана без ущерба для работы целого звена невозможно, поэтому эфельные заводы опробовывают растворы до и после экстракторов исключительно для контроля работы экстракторов. Если способ опробования растворов не может быть применен при эфельном процессе, то при иловом процессе, где имеют дело с тонко измельченной и однородной пульпой, произвести подобное опробование не представляет особых затруднений. Опробование растворов не исключает одновременного опробования хвостов иловой обработки; напротив, сравнение результатов обоих опробований является лучшим контролем, исключающим возможность ошибок. Таким образом, и тот и другой способ одинаково применимы в практике цианистого процесса. По простоте выполнения и достигаемой точности определения опробование растворов не оставляет желать ничего лучшего. Несколько иначе обстоит дело с опробованием хвостов. При опробовании хвостов пользуются обычным методом сухого пробирного анализа для определения золота в золото-содержащих рудах, в которых золото находится в большинстве случаев в виде металлического.

При цианистой обработке золото-содержащих руд извлечение золота никогда не бывает полным, хвосты всегда содержат еще некоторые количества его. Причины недостаточного извлечения золота, в большинстве случаев, заключаются либо в недостаточно тонком измельчении, необходимом, чтобы обнажить частицы золота, либо в ограниченной продолжительности обработки, при которой более крупные частицы золота не успевают раствориться в цианистом калии за время, предоставленное процессу. Конечною целью обработки является отмыть остаток растворенного золота. Количество промывных вод, которое определяется только экономическими соображениями, обычно бывает недостаточно, чтобы полностью удалить все растворившееся золото. Таким образом в хвостах, наряду с металлическим золотом в виде частиц, охваченных пустой породой, или же в виде крупных частиц, не успевших раствориться в цианистом калии, будем иметь золото в виде комплекса KAu(CN)_2 , недостаточно полно отмытого от хвостов, либо адсорбированного пустой породой.

Так, Johnston¹⁾ приводит анализ хвостов, в которых на одну тонну приходится:

всего золота	0,47 dwt *)	— 100.0°/о;
из них нерастворившегося золота	0,44 »	— 93.6°/о,
растворившегося, но не отмытого золота	0,03 »	— 6.4°/о.

*) 1 dwt равен 1,56 rp.

Поведение комплекса $\text{KAu}(\text{CN})_2$ при тигельной плавке хвостов может быть несколько иное, чем металлического золота.

В нашей лаборатории было замечено, что процент извлечения золота из эфелей и илов, определенный по растворам и хвостам, никогда не совпадал. Обычно извлечение по хвостам оказывалось больше, нежели извлечение по растворам, на 2—6%, т. е. в хвостах не все золото поддавалось точному определению. Это повторяющееся несоответствие во всех работах навело на мысль, что обычный способ опробования хвостов недостаточно точен.

В литературе по этому вопросу встречаются различные, часто неопределенные указания. Так, Bugbee в своей книге «Text-Book of Fire Assaying»²⁾ говорит, что комплекс золота $\text{KAu}(\text{CN})_2$ летуч уже при умеренных температурах. Если согласиться с этим предположением, то при тигельной плавке хвостов должна иметь место потеря золота, и недостаточная точность способа вполне понятна.

По Hamilton³⁾ разница в результатах проб установлена лабораторной и заводской практикой. Проба хвостов всегда показывает более высокое извлечение, чем получается в действительности при процессе. Но к сожалению он не указывает, как велика эта разница. Caldescott⁴⁾ дает следующее объяснение этому явлению. Хвосты содержат золотой комплекс $\text{KAu}(\text{CN})_2$, который распылен такими мельчайшими частицами по всей массе хвостов, что по своему состоянию приближается к молекулярному; поэтому при тигельной плавке почти невозможно собрать в веркблее все золото, присутствующее в такой форме, так как восстановленных капелек свинца недостаточно, дабы они могли прийти в контакт с каждой молекулой золота. С целью проверить указанные предположения в лаборатории была поставлена работа по определению летучести золотого комплекса⁵⁾. Вкратце, сущность работы представляется в следующем.

Раствор цианистого комплекса выпаривался на водяной бане. Остаток подсушивался при 110° и тщательно перетирался в ступке. В части сухого вещества определялось количество золота. От остальной части брались навески по 100 мгр. Каждая навеска помещалась в фарфоровую лодочку, которая нагревалась в электрической печи Heгаeus'a в пределах от 130°—1012°. Температура измерялась калиброванным пирометром Ле-Шателье. После нагревания при указанных температурах лодочка вынималась из печи и взвешивалась для определения потерь в весе, происходящих от разложения или улетучивания. Начало разложения вещества по изменению его цвета было отмечено при 150°—160°. С 180° началось выделение густых белых паров, и это выделение наиболее интенсивно происходило при 700°—800°. Качественный анализ показал, что пары содержат цианистый калий. С постепенным повышением температуры внешний вид и цвет вещества изменялись: замечалось постепенное сплавление и появление рубиновой окраски, характерной для металлического золота. При 700° началось выделение металлического золота которое при 800° и выше полностью выделялось в виде металлического порошка. Таким образом выяснился ход разложения золотого комплекса с изменением температуры. Для определения летучести $\text{KAu}(\text{CN})_2$ брались навески по 100 мгр. сухой соли, которые помещались в лодочку, на дно которой был насыпан чистый морской песок для предупреждения сплавления вещества с лодочкой. Лодочка с пробой прокаливалась при 972° в течение полчаса, затем извлекалась и взвешивалась. Все золото выделилось в виде металлического. Содержимое лодочки всыпалось в заранее приготовленную шихту и опробовалось по способу тигельной плавки. В результате определений установлено, что улетучивания золота в форме комплекса $\text{KAu}(\text{CN})_2$ нет. Результаты опытов помещены в таблицах 1, 2 и диаграмме I.

⁴⁾ Работа исполнена инж. Греховым под руководством проф. В. Я. Мостовича.

Таблица 1.

Температура °С.	Лодочка 1.		Лодочка 2.		Лодочка 3.		ПРИМЕЧАНИЕ.
	Вес после прокаливания.	Потеря в весе.	Вес после прокаливания.	Потеря в весе.	Вес после прокаливания.	Потеря в весе.	
В г р а м м а х.							
130	3.7325	0	3.6742	—	—	—	
160	3.7323	0.2	3.6740	0.2	—	—	Вещество приняло слегка сероватый оттенок.
180	3.7320	0.3	3.6736	0.4	—	—	В передней части лодочки вещество приняло серовато-розовый оттенок. Выделялись белые пары.
200	3.7311	0.9	3.6727	0.9	—	—	По всей лодочке серовато-розовый цвет.
260	3.7300	1.1	3.6716	1.1	—	—	Ясно-розовый.
300	3.7292	0.8	3.6706	1.0	—	—	Окраска усилилась.
360	3.7286	0.6	3.6698	0.8	—	—	Т о ж е.
400	3.7282	0.4	3.6694	0.4	5.1291	2.3	Т о ж е.
510	—	—	3.6682	1.2	5.1276	1.5	Красно-бурый цвет.
615	—	—	3.6664	1.8	5.1266	1.0	Вещество сильно спеклось в отдельные комья и прочно сплавилось с глазурью лодочки.
722	—	—	3.6602	6.2	5.1242	2.4	Хорошо заметны частицы метал. золота, сцементиров. расплавившимся поташом.
820	—	—	3.6408	19.4	5.1032	21.0	Золото полностью выделилось в виде метал. порошка. K_2CO_3 выкристаллизов. по стенкам лодочки.
921	—	—	3.6294	11.4	5.0912	12.0	Сплавившееся вещество при медленном охлаждении растрескивалось на мелкие куски.
1012	—	—	3.6292	0.2	5.0910	0.2	Картина та-же, но K_2CO_3 покрыл прозрачным слоем метал. золото.
Сумма потерь.	—	4.8	—	44.8	—	40.4	

Таблица 2.

№ навески.	Взято вещества мгр.	Вес лодочки с веществом.		Потеря общая мгр.	Получено золота. мгр.	Взято золота мгр.	Потеря золота мгр.
		До прокаливания гр.	После прокаливания гр.				
1	100	5.5462	5.5088	37.4	13.25	13.30	0.05
2	100	5.5738	5.5342	39.6	13.25	13.30	0.05
3	50	9.2974	9.2778	19.6	6.625	6.65	0.025

В виду нелетучести золота в форме его комплекса, более вероятным является объяснение, данное Caldecott'ом. В пользу этого объяснения говорит также и то, что на Ранде, где установлена разница в результатах опробования хвостов по различным способам, для определения золота в хвостах предварительно осаждают или фиксируют его по способу, предложенному Christy для анализа цианистых растворов. Hamilton³⁾ дает описание этого способа, которым пользовался Whitby⁵⁾.

Хвосты помещаются в фарфоровую чашку, к ним прибавляется немного раствора цианистого калия, затем последовательно растворы CuSO_4 , Na_2SO_3 , H_2SO_4 . Все содержимое чашки смешивается, раствор выпаривается. Высушенная проба пропускается через сито «100» и подвергается тигельной плавке. На Ранде установился обычай брать для анализа исключительно большие количества от 5 до 10 пробирных тонн, т. е., от 145,85—291,70 гр.*). Эта предосторожность имеет особое значение в случае убогих хвостов, так как расхождения результатов анализа могут повести к серьезным расхождениям в количестве золота, полученного за месячную обработку. Hamilton³⁾ приводит сравнение результатов анализов иловой пульпы (за 26 дней) с предварительным фиксированием и без такового. Средняя разница в анализах для суточной пробы составляла 1.4 долларов на 1 тонну руды. Обыкновенным способом получено содержание в 13,90 долларов, а с предварительным фиксированием 15,31 долларов на 1 тонну. При этом Hamilton указывает, что приведенная разница является исключительной. К сожалению, ни один из авторов не указывает, насколько метод фиксирования отвечает назначению в смысле точности определения золота. Для хвостов уже незначительная ошибка в анализе дает серьезную разницу между действительными и теоретическим извлечением. Насколько значительно может быть расхождение, видно из следующего примерного подсчета.

Если принять разницу в извлечении по хвостам и растворам в среднем в 3%, то в случае Уральских эфелей, содержащих в среднем 1,5 золотника в 100 пудах, при извлечении золота в 60—70%, указанная разница за летнюю кампанию (600.000 пуд. эфеля) составит 1360 руб.

Из изложенного видно, что довольно важный вопрос об опробовании хвостов цианистых заводов недостаточно полно выяснен, и целью настоящей работы было, по возможности, осветить этот вопрос. В соответствии с объяснением, данным Caldecott'ом, были намечены следующие способы опробования хвостов. Так как обычный способ опробования не дает достаточного количества капель свинца, то представлялось возможным увеличить вес веркблея либо увеличением количества восстановителя при плавке, либо введением добавочного свинца путем промывки расплавленной пробы. Наконец, возможен способ предварительного фиксирования золота в хвостах до плавки последних. В соответствии с этим был намечен следующий план работы:

- 1, приготовление искусственных золото-содержащих хвостов и опробование их указанными способами;
- 2, получение естественных хвостов и проверка выработанных способов.

Приготовление искусственных золотосодержащих хвостов.

Для опытов служило губчатое золото, осажденное из раствора хлорного золота, AuCl_3 , щавелевой кислотой. Для достижения более быстрого растворения золота в цианистом калии был применен следующий прием. 40 мгр. золота в виде губки помещались в конус из фильтровальной бумаги, вложенный в небольшую стеклянную воронку. Цианистый раствор из стеклянной бутылки с тубусом и резиновой трубкой с зажимом стекала по каплям на губку золота. Скорость падения капель регулировалась зажимом. Капли падали с

*) Каждая навеска плавится в двух или больше тиглях; полученные веркблеи соединяются.

такой скоростью, при которой каждая предыдущая капля успевала смочить губку, полностью стечь и обнажить золото, чтобы осуществить контакт его с кислородом и только после этого падала следующая капля. При таком способе имелись условия, весьма благоприятные для быстрого растворения золота. 40 мгр. последнего растворились нацело в течение 15 часов. Полученный раствор $\text{KAu}(\text{CN})_2$ был разбавлен водой до двух литров. Определение золота в нем для большей точности производилось по трем способам:

- 1, выпариванием в свинцовой чашке;
- 2, осаждением цинковой пылью;
- 3, » по способу Christy.

Последний способ состоит в следующем. Определенное количество испытуемого раствора помещают в стакан, прибавляют к нему раствор CuSO_4 в небольшом избытке (до слабо синего окрашивания), немного раствора Na_2SO_3 и H_2SO_4 . Если раствор содержит слишком мало цианистого калия, то перед осаждением его необходимо подкрепить до 0.1%. Для 10 пробирных тонн раствора = 291 $\frac{2}{3}$ кб. см. Clennell⁷⁾ рекомендует следующие количества реактивов:

CuSO_4 (10% CuSO_4 . 5 H_2O) . . . — 20 кб. см.

Na_2SO_3 (15%) — 20 кб. см.

H_2SO_4 (10%) — 10 кб. см.

Растворы прибавляют в указанной последовательности, взбалтывая после каждого прибавления. Смесь помещают на песчаную баню, кипятят до просветления раствора над осадком. Для ускорения просветления рекомендуется прибавить несколько капель 5% раствора $\text{K}_4\text{Fe}(\text{CN})_6$. Отфильтровывают осадок, наблюдая, чтобы раствор был совершенно прозрачный; при непрозрачности раствора, последний перефильтровывают через тот-же фильтр. Осадок промывают водой и сушат. Часть нижеследующих флюсов помещают в небольшой тигель, переносят подсушенный осадок с другой частью флюсов и плавят. Полученный веркблей купелируют.

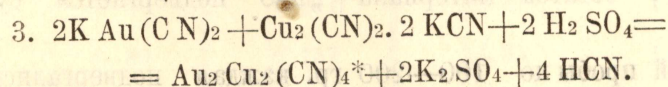
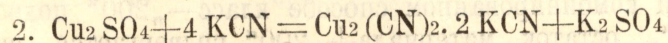
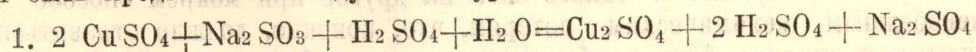
Состав шихты: 50 гр. глета

30 гр. буры

3 гр. винного камня

30 мгр. серебра

W. H. Virgoe⁸⁾ указывает, что подсушенный осадок может непосредственно шербероваться с пробирным свинцом. Результаты этого метода не отличаются от результатов, полученных выпариванием в свинцовой чашки. Все определение может быть сделано в течение двух часов. A. Cross⁸⁾ рекомендует способ Christy, как точный, но предпочитает плавить осадок с флюсами, шерберовать веркблей и затем купелировать. Теория метода Christy может быть представлена следующими уравнениями⁹⁾:



Первым способом, выпариванием в свинцовой чашке, пользовались для контроля, т. к. способ выпаривания является наиболее точным из всех известных методов, с которым все остальные сравниваются. К числу немногих недостатков этого способа нужно отнести большую продолжительность. Рас-

*) Осадок $\text{Au Cu} (\text{CN})_2$ растворим в избытке KCN, но не растворим в H_2SO_4 .

творы, содержащие свободную кислоту и соли других металлов, кроме золота и серебра, не могут опробоваться этим способом. Напротив, способ с цинковой пылью менее ограничен в своем применении. Он одинаково пригоден для богатых и бедных, загрязненных и чистых растворов, позволяет брать для анализа различные количества раствора, обладает достаточной скоростью и дает очень близкие результаты со способом выпаривания. *Пазухин*⁹⁾ и *Доме-нос*¹⁰⁾ при сравнении способов выпаривания и осаждения цинковой пылью указывают, что метод осаждения цинковой пылью дает результаты, не уступающие по точности способу выпаривания. Определения золота в растворе по указанным выше способам дали результаты, помещенные в таблице 3.

Таблица 3.

Au—раствора кб. см.	Выпариванием в свинцовой чашке мгр.	По Christy мгр.	Осаждением цинковой пылью мгр.
50	0.97	0.97	0.95
50	0.96	0.96	0.94

Из цифр таблицы видно, что способы выпаривания и Christy дают достаточно близкие результаты. Небольшое отклонение результатов, полученных осаждением цинковой пылью, можно объяснить тем, что цинковая пыль, которой пользовались для осаждения, содержала много окиси цинка. 1.5 гр. цинковой пыли, взятой для анализа, давали очень небольшую губку свинца и, вероятно, неполностью осадили золото из раствора. В дальнейшем для осаждения, поэтому, бралось 3 гр. цинковой пыли.

Как среднее из определений принято, что 50 кб. см. раствора содержат —0.965 мгр. золота или 1 кб. см. сод.—0.019 мгр. золота. Для опытов с искусственными хвостами чистый отмытый кварц был измельчен в шаровой мельнице. Для характеристики материала ниже приведены его ситовой анализ и содержание SiO_2 .

Ситовой анализ производился комбинированным способом, исключаящим недостатки как чисто сухого, так чисто мокрого способа. При сухом способе обычно значительная часть более грубых зерен инкрустирована наиболее мелкими частицами, илом; поэтому отделение частиц друг от друга по величине зерна недостаточно совершенное. В чисто мокром указанный недостаток отсутствует, но способ требует для своего выполнения много времени. Частое перемещение материала с одного сита на другое при мокром способе ведет к неизбежным механическим потерям, что, конечно, должно отразиться на результатах анализа. При комбинированном способе класс—„200“ полностью отмывается на сите „200“, остаток материала—„200“ подвергается сухому ситовому анализу.

Три навески средней пробы по 100—200 гр. каждая подвергались ситовому анализу. Одна ручным способом, вторая—механическим *) в течение 15 минут и третья—механическим в течение 30 минут. Результаты ситовых анализов приведены в таблицах 4, 5, 6.

*) Для механического просеивания пользовались прибором, изготовляемым фирмой W. S. Tyler, в Кливленде.

Таблица 4. Ручной ситовой анализ.

Классы.	Диаметр отверстия в мм.	К О Л И Ч Е С Т В О.		
		гр.	‰	Кумулятивные ‰
+ 40	0.317	10.45	5.22	—
+ 60	0.211	43.30	21.65	26.87
+ 80	0.157	22.95	11.48	38.35
+100	0.127	13.65	6.82	45.17
+150	0.084	22.40	11.20	56.37
+200	0.063	13.40	6.70	63.07
—200	0.063	73.85	36.93	100.00

Таблица 5. Механический ситовой анализ в течение 15 мин.

Классы.	Диаметр отверстия в мм.	К О Л И Ч Е С Т В О.		
		гр.	‰	Кумулятивные ‰
+ 40	0.317	3.10	3.10	—
+ 60	0.211	16.65	16.65	19.75
+ 80	0.157	14.25	14.25	34.00
+100	0.127	9.20	9.20	43.20
+150	0.084	11.20	11.20	54.40
+200	0.063	6.25	6.25	60.65
—200	0.063	39.35	39.35	100.00

Таблица 6. Механический ситовой анализ в течение 30 мин.

Классы.	Диаметр отверстия в мм.	К О Л И Ч Е С Т В О.		
		гр.	‰	Кумулятивные ‰
+ 40	0.317	3.00	3.00	—
+ 60	0.211	15.47	15.47	18.47
+ 80	0.157	14.35	14.35	32.82
+100	0.127	7.90	7.90	40.72
+150	0.084	12.15	12.15	52.87
+200	0.063	5.70	5.70	58.57
—200	0.063	41.43	41.43	100.00

Разница между механическим и ручным просеиванием сказывается только в последних классах. При механическом анализе разделение зерен по классам более совершенное. Продолжительность анализа в три раза менее ручного. Цифры таблиц механического просеивания для 15 минут и для 30 минут очень близки друг к другу; поэтому все дальнейшие анализы производились только в течение 15 минут. Содержание SiO_2 в песке по анализу составляло 98,01%.

По результатам ситового анализа и содержанию SiO_2 песок очень близко отвечает чистым кварцевым эфелям. Этим материалом пользовались для всех дальнейших опытов. Так как опыты должны были происходить с соблюдением возможно большей точности, то материалы, которыми предполагали пользоваться, были испытаны на присутствие в них золота. Оказалось, что песок содержал видимое, но невесомое количество золота. Было предположено, что золото в пробу песка вносится глетом; поэтому глет также опробовался. В нем было обнаружено золото, видимое только вооруженным глазом. Анализами установлено, что то количество золота, которое вносилось в пробу, не могло повлиять на результаты определения. Фольга, пробирный свинец и другие реактивы в количествах, применявшихся для анализов, не содержали золота.

Опробование искусственных хвостов, содержащих от 30 доль до 2 зол. золота в 100 пудах.

Искусственные хвосты готовились смешиванием определенных количеств песка и цианистого раствора золота.

1) Обыкновенный способ опробования.

В фарфоровую чашку к небольшому количеству воды прибавлялось из точной бюретки определенное количество куб. см. цианистого раствора золота, и в раствор всыпалось 50—100 гр. средней пробы песка. Песок постепенно впитывал раствор и последний равномерно распределялся по всей массе. Воды бралось такое количество, чтобы общее количество жидкости в пробе соответствовало влаге, задерживаемой песком после перколяции в лабораторном перколяторе. Песок с раствором тщательно смешивался помощью стеклянной палочки. Проба осторожно выпаривалась на водяной бане до-суха. Подсушенные хвосты смешивались с флюсами и плавилась. Если королек свинца получался больше 25 гр., то он предварительно сокращался до 10—15 гр. и купелировался.

Состав флюсов*) на одну пробу в процентах от веса песка:

150 % глета
100—120 % соды
10—20 % буры.

Восстановителя, $\text{C}_4\text{H}_5\text{O}_6\text{K}$ —количество, с расчетом получить веркблей не менее 28 гр. для навески в 50 гр. и 40 гр. для навески в 100 гр. хвостов**).

Вариант обыкновенного способа—увеличение веса веркбеля за счет увеличения присадки восстановителя.

Разница от обыкновенного способа заключалась в том, что вес восстанавливаемого свинца был несколько увеличен за счет большего количества восстановителя.

*) Состав флюсов для нормальных кварцевых эфелей.

**) Clennell⁷⁾ рекомендует получать веркбеля 18—23 гр. для пробы в 1 пробирную тонну и 25—30 гр. для 2-х пробирных тонн (58, 34 гр.), чтобы обеспечить полное извлечение золота.

2) Способ с последующей промывкой шлаков.

Хвосты готовились и плавилась в аналогичных условиях с предыдущими. После того, как плавка совершенно закончилась и поверхность шлаков становилась ровной и спокойной, тигель вынимался из горна, охлаждался немного и сверху еще незастывшей пробы засыпалась смесь глета, PbO , с восстановителем, $C_4H_5O_6K$. Тигель вновь возвращался в горн. Проба перегревалась и выливалась в изложницу. Полученный королек свинца сокращался и купелировался. В первых опытах тигель не вынимался из горна, смесь глета с восстановителем для промывки прибавлялась в перегретую пробу; но так как температура горна была очень высокая, то винный камень начинал гореть ранее, чем попадал в пробу, и свинца для промывки восстанавливалось значительно меньше, чем требовалось по расчету; поэтому способ промывки после первого же опыта пришлось изменить. При плавке тигель от резких колебаний температур трескался и приходил в полную негодность после двух плавов.

3) Способ с предварительным фиксированием золота.

Проба приготовленных хвостов выпаривалась; после удаления большей части влаги к пробе прибавлялись в последовательном порядке растворы:

$CuSO_4$ —10%-го раствора 10 кб. см.
 Na_2SO_3 —15%-го » 10 »
 H_2SO_4 —10%-го » 5 »

После каждого прибавления растворы с хвостами смешивались. Затем проба выпаривалась на водяной бане до суха. Подсушенные хвосты сыпались в заранее приготовленную шихту. Остаток собирался шпателем и куском фильтровальной бумаги, которая прибавлялась к пробе. Хвосты смешивались с флюсами и плавилась. Полученный веркблей сокращался и купелировался. Каждые две пробы, испытывавшиеся по одному способу, плавилась в отдельном тигле. Шлаки от всех проб были вполне жидкие и в холодном состоянии хорошо отделялись от веркблея. Полученные результаты определения для хвостов с содержанием от 30 доль до 2-х зол. в 100 пудах приведены в таблицах 7, 8, 9, 10, 11.

Таблица 7. Результаты опробования хвостов с содержанием 30 доль/100 пуд.

СПОСОБ ОПРОБОВАНИЯ.	Навеска хвостов гр.	Число кб. см. KCN раствора Au.	Вес веркблея гр.	Золота взято мгр.	Золота получено мгр.	% извлечения Au.	Промывка смесью гр. глета+гр. винного камня.
1. Обыкновенный способ:							
1	150 *)	6.3	58	0.12	0.115	95.8	—
2	150	6.3	58	0.12	0.115	95.8	—
2. Способ с последующей промывкой:							
1	150	6.3	88	0.12	0.12	100.0	45+6
2	150	6.3	88	0.12	0.12	100.0	45+6
3. Способ с предварительным фиксированием:							
1	150	6.3	60	0.12	0.12	100.0	—
2	150	6.3	68	0.12	0.12	100.0	—

*) Каждая проба хвостов плавилась в двух тиглях, полученные веркблеи соединялись и сокращались до 10—15 гр., которые купелировались.

Табл. 8. Результаты опробования хвостов с содержанием 47.5 доль/100 пуд.

СПОСОБ ОПРОБОВАНИЯ.	Навеска хвостов гр.	Число куб. см. KCN раствора Au.	Вес веркбля гр.	Золота взято мгр.	Золота получено мгр.	% извлечения Au.	Промывка смесью гр. глета + гр. винного камня.
1. Обыкновенный способ:							
1	100	6.8	35	0.129	0.12	93.0	—
2	100	6.8	40	0.129	0.12	93.0	—
2. Способ с последующей промывкой:							
1	100	6.8	48	0.129	0.13	100.7	25+3
2	100	6.8	52	0.129	0.13	100.7	25+3
3. Способ с предварительным фиксированием:							
1	100	6.8	39	0.129	0.13	100.7	—
2	100	6.8	42	0.129	0.13	100.7	—

Таблица 9. Результаты опробования хвостов с содержанием 78 доль/100 пуд.

СПОСОБ ОПРОБОВАНИЯ.	Навеска хвостов гр.	Число куб. см. KCN раствора Au.	Вес веркбля гр.	Золота взято мгр.	Золота получено мгр.	% извлечения Au.	Промывка смесью гр. глета + гр. винного камня.
1. Обыкновенный способ:							
1	50	5.4	25	0.103	0.095	94.1	—
2	50	5.4	25	0.103	0.095	94.1	—
2. Способ с последующей промывкой:							
a. 1	50	5.4	33	0.103	0.10	97.0	25+2
2	50	5.4	35	0.103	0.10	97.0	25+2
b. 1	50	5.4	38	0.103	0.11	106.7	40+4
2	50	5.4	40	0.103	0.12	116.5	40+4
3. Способ с предварительным фиксированием:							
1	50	5.4	25	0.103	0.12	116.5	—
2	50	5.4	28	0.103	0.12	116.5	—

Табл. 10. Результаты опробования хвостов с содержанием 0.99 зол./100 пуд.

СПОСОБ ОПРОБОВАНИЯ.		Навеска хвостов гр.	Число куб. см. КСN рас- створа Au.	Вес верк- бля гр.	Золота взято мгр.	Золота по- лучено мгр.	% извлече- ния Au.	Промывка смесью гр. глетта + гр. винного камня.
1. Обыкновенный способ:								
	1	100	13.5	26	0.257	0.25	97.2	—
	2	100	13.5	28	0.257	0.25	97.2	—
2. Способ с последующей про- мывкой:								
a.	1	100	13.5	35	0.257	0.255	99.4	30+2.5
	2	100	13.5	37	0.257	0.255	99.4	30+2.5
b.	1	100	13.5	43	0.257	0.26	101.1	40+5
	2	100	13.5	50	0.257	0.26	101.1	40+5
3. Способ с предварительным фиксированием:								
	1	100	13.5	27	0.257	0.26	101.1	—
	2	100	13.5	29	0.257	0.26	101.1	—

Таблица 11. Результаты опробования хвостов с содержанием 2 зол./100 пуд.

СПОСОБ ОПРОБОВАНИЯ.		Навеска хвостов гр.	Число куб. см. КСN рас- твора Au.	Вес верк- бля гр.	Золота взя- то мгр.	Золота по- лучено мгр.	% извлече- ния Au.	Промывка смесью гр. глетта + гр. винного камня.
1. Обыкновенный способ:								
a	1	100	27.0	38	0.513	0.49	95.5	—
	2	100	27.0	39	0.513	0.49	95.5	—
b	1	100	27.0	51	0.513	0.50	97.4	—
	2	100	27.0	56	0.513	0.50	97.4	—
2. Способ с последующей про- мывкой:								
a	1	100	27.0	52	0.513	0.51	99.4	35+4
	2	100	27.0	52	0.513	0.51	99.4	35+4
b	1	100	27.0	70	0.513	0.51	99.4	45+7
	2	100	27.0	71	0.513	0.51	99.4	45+7
3. Способ с предварительным фиксированием:								
	1	100	27.0	37	0.513	0.508	99.0	—
	2	100	27.0	41	0.513	0.508	99.0	—

Из данных таблиц видно, что обыкновенная плавка хвостов во всех случаях дает на 3—7% золота меньше, чем его введено в пробу. С увеличением веса верблея (табл. 11) процент извлечения золота повышается. Из данных таблиц также видно, что чем больше золота в пробе, тем больше должен быть вес дополнительно введенного свинца (больше вес промывки) для достижения полного извлечения золота, так как с увеличением веса верблея возрастает количество извлеченного им золота и при введении дополнительного свинца в количестве, равном весу верблея, получаемого при обыкновенной плавке, извлечение золота достигает 100%. Способ предварительного фиксирования золота во всех случаях дает полное извлечение последнего. Из таблиц 8, 9 и 10 видно, что при фиксировании и при промывке извлечение золота превысило 100%. Эти отклонения весьма незначительны; их можно приписать лишь недостаточной чувствительности золотых весов (0,02 мг.). Если вспомнить объяснение Caldecott'a, то становится понятным, почему при двух золотн. содержании золота в хвостах не удалось получить полного его извлечения. Золотой комплекс «молекулярно» распылен по всей массе хвостов—таким образом, что не только верблеи от обыкновенной плавки, но даже дополнительная промывка свинцом, весом на 100% больше, не могли полностью извлечь всего золота. Невольно возникает вопрос, каким же способом наиболее выгодно увеличивать количество свинца, чтобы достичь полного извлечения золота, путем ли добавочной промывки или увеличением веса верблея, восстанавливаемого непосредственно при простой плавке пробы. Из таблицы 11 видно, что при одном и том же весе верблея, полученном обыкновенной плавкой с добавочным количеством восстановителя (56 гр. свинца) и плавкой с промывкой (52 гр. свинца), процент извлечения в последнем случае больше (на 2%). Это говорит за то, что последующая промывка шлаков, при которой «дождь» восстановленного свинца проходит через всю массу шлаков с поверхности до дна тигля, обеспечивает более полный контакт каждой капли свинца с каждой частицей золота.

В виду отсутствия литературных данных об отношении цианистого комплекса меди, $\text{Cu}_2(\text{CN})_2 \cdot 2\text{KCN}$, при высоких температурах в смесях с PbO , Na_2CO_3 , $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7$ и восстановителем можно предположить, что при плавке хвостов с предварительно фиксированным золотом имеют место ниже следующие процессы.

При осаждении золота из раствора его комплекса, $\text{K Au}(\text{CN})_2$, избыточным количеством меди*) против того, что требуется для соединения $\text{Cu Au}(\text{CN})_2$, образующийся комплекс, $\text{Cu}_2(\text{CN})_2 \cdot 2\text{KCN}$, равномерно распределяется по всей массе хвостов, окружая частицы $\text{Cu Au}(\text{CN})_2$. При последующей плавке $\text{Cu Au}(\text{CN})_2$, разлагаясь с повышением температуры, дает сплав Cu Au ; одновременно $\text{Cu}_2(\text{CN})_2 \cdot 2\text{KCN}$ выделяет металлическую медь, которая тотчас же сплавляется с образовавшимся Cu Au —сплавом. Таким образом выделившаяся медь играет роль коллектора золота. Образующиеся частицы сплава золота с медью, соединяясь, приобретают значительные размеры, что сильно облегчает их извлечение тем количеством свинца, которое получается при обыкновенном способе и, таким образом, надобность в промывке дополнительным количеством свинца отпадает. Сравнивая способы фиксирования и промывки, нужно отметить, что по обоим способам достигается полное извлечение золота и оба способа для своего выполнения требуют почти одинаковой продолжительности времени. При способе с предварительным фиксированием для материалов, содержащих до 1 зол. золота в 100 пуд., достаточно прибавления к исследуемому материалу около 20 кб. см. 5%-го раствора Cu SO_4 ; для материалов, более богатых золотом необходимо прибавление 40 кб. см. 5%-го раствора или

*) 10 кб. см. 10%-го раствора $\text{Cu SO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ содержат 1 гр. металлической меди.

соответствующего количества 10%-го раствора CuSO_4 . При способе с промывкой необходимо вести промывку шлаков количеством свинца, приблизительно, равным весу нормального веркблея. Для богатых хвостов (больше 1 зол. в 100 пуд.) это количество может быть недостаточно; поэтому прежде чем пользоваться этим способом для опробования хвостов с указанным содержанием, необходимо предварительно определить минимум количества свинца для промывки. К недостаткам способа нужно отнести также и то, что служба тиглей при этом способе очень ограничена: от резких колебаний температур тигель трескается и возможна частая потеря проб.

Чтобы убедиться в том, что выработанные способы удовлетворяют поставленной цели, решено было испытать их на хвостах от лабораторной перколяции заводских эфелей. Эфеля обрабатывались раствором цианистого калия по способу перколяции. Определялся процент извлечения золота по растворам и хвостам различными способами и результаты сравнивались. Для этой цели были взяты:

1. эфель Мариинского рудника, Миасского округа,
2. эфель Авенировского рудника, Северной Мариинской тайги. Для характеристики эфелей в таблицах 12, 13, 14 и 15 приведены их ситовые анализы и некоторые физические и химические данные.

Таблица 12. Ситовой анализ Авенировского эфеля.

К л а с с ы.	Диаметр отверстия в мм.	К О Л И Ч Е С Т В О.		
		гр.	%.	Кумулятив- ные %.
+ 40	0.317	8.10	4.05	—
+ 60	0.211	20.90	10.45	4.50
+ 80	0.157	29.60	14.80	29.30
+100	0.127	26.10	13.05	42.35
+120	0.107	17.50	8.75	51.10
+150	0.084	13.60	6.80	57.90
+200	0.063	17.20	8.60	66.50
—200	0.063	67.00	33.50	100.00

Таблица 13. Ситовой анализ Мариинского эфеля.

К л а с с ы.	Диаметр отверстия в мм.	К О Л И Ч Е С Т В О.		
		гр.	%..	Кумулятив- ные %.
+ 60	0.211	10.80	10.80	—
+ 80	0.157	14.47	14.47	25.27
+100	0.127	13.63	13.63	38.90
+150	0.084	27.92	27.92	66.82
+200	0.063	11.05	11.05	77.87
—200	0.063	22.13	22.13	100.00

Таблица 14. Расход реактивов при перколяции эфелей.

	Авенировский эфель				Мариинский эфель.			
	KCN.		NaOH.		KCN.		NaOH.	
	Фун. 100 пуд.	Кгр 1 тонну.	Фун. 100 пуд.	Кгр 1 тонну.	Фун. 100 пуд.	Кгр. 1 тонну.	Фун. 100 пуд.	Кгр. 1 тонну.
Общий расход . .	4.60	1.15	9.80	2.45	6.12	1.54	11.70	2.93
Полезный „ . .	0.12	0.03	9.76	2.44	3.36	0.84	6.40	1.60
Бесполезн. „ . .	4.48	1.12	0.04	0.01	2.76	0.70	5.30	1.33

Таблица 15.

	Скорость перколя- ции.		°/о эфеля.	°/о изл.	Удельн. вес при 14.7° С.	Содержан золота зол./100 п.	°/о влаги.
	дм./час.	см./час.					
1. Авенировский эфель .	0.7	1.75	77.05	22.95	2.83	2.73	31.50
2. Мариинский эфель . .	1.25	3.13	41.2	58.8	2.70	1.25	33.85

Приготовление естественных хвостов.

Мариинский эфель.

2 кгр. средней пробы эфеля смешивались с 4,5 гр. извести (количество СаО взято по расчету на полезный расход щелочи) и загружались в перколятор, лабораторного типа. Эфель обрабатывался следующими растворами цианистого калия:

I	раствор крепостью	0,25°/о	KCN	40°/о	от веса эфеля.
II	»	»	0,1°/о	»	40°/о » » »
III	»	»	0,05°/о	»	35°/о » » »
IV	промывная вода	»	»	30°/о	» » »
V	»	»	»	»	30°/о » » »

Количество первого раствора бралось с расчетом получить некоторый избыток против влажности, удерживаемой эфелем при перколяции (33,85°/о). Крепость раствора определялась по полезному расходу цианистого калия плюс некоторый избыток. Первый раствор заливался снизу помощью склянки с тубусом, соединенным с нижним концом перколятора посредством длинной резиновой трубки. При таком способе заливки нагруженный материал пропитывается раствором гораздо равномернее, в нем не образуется пустот и каналов, нарушающих правильность перколяции. Раствор оставался в контакте с эфелем в течение 24 часов. По прошествии этого времени открывался зажим для спуска раствора и эфель дренировался в течение 24 часов. За этот период влажный эфель насыщался воздухом. С вторым раствором эфель находился в контакте 12 часов и дренировался 12 часов. Следующие растворы заливались после 12 часового дренажа в порядке, указанном выше. Каждый следующий раствор заливался после того, как стекал полностью предыдущий в количестве, равном залитому. В первом стекшем растворе находились свободный цианистый калий (0,03°/о) и щелочь, что указывает, что перколяция проходила в нормальных условиях. Все растворы после обработки сливались вместе и выпаривались до объема двух литров, из которых брались пробы

для определения процента извлечения. Хвосты после перколяции промывались водой, сушились, просеивались через сито «10», сокращались делителем Джонса до 1 кгр. и измельчались до 120—150 отверстий. От измельченной порции брались навески для анализа.

В виду использования всего глета для опытов был взят новый глет, который опробовался. В нем было обнаружено большее количество золота, чем в уже израсходованном. Поэтому глет был очищен от золота, для чего 2 кгр. глета были проплавлены по следующей шихте:

250 гр. глета 7 гр. стекла
30 гр. соды 7 гр. винного камня.

Восстановившийся свинец собрал все золото из глета. Очищенный глет измельчался до 150 отверстий и опробовался. Золота найдены следы, которые не могли сказаться на результатах анализов. Определение золота в растворах производилось выпариванием в свинцовой чашке и осаждением цинковой пылью. Хвосты опробовались выработанными ранее способами в условиях, идентичных с искусственными хвостами. Состав флюсов на 100 гр. хвостов:

150 гр. глета 50 гр. буры*)
100 гр. соды 8 гр. винного камня.

Результаты всех определений приведены в таблице 16.

Табл. 16.

СПОСОБ ОПРОБОВАНИЯ.	Навеска хвостов гр. или количество раствора кб. см.	Вес веркблея гр.	Содержание золота в 100 гр. шфея мгр.	Получено золота мгр.	Средний % извлечения золота.	Промывка смесью гр. глета+гр. винного камня.
Опробование хвостов.						
1. Обыкновенный способ						
1	100	41	0.325	0.05	—	—
2	100	42	0.325	0.05	84.6	—
2. Способ с последующей промывкой						
1	100	60	"	0.065	—	35 + 4
2	100	50	"	0.06	80.6	35 + 4
3. Способ с предварительным фиксированием						
1	100	45	"	0.07	—	—
2	100	49	"	0.07	78.5	—
Опробование растворов.						
1. Осаждением цинковой пылью						
1	250	—	"	0.64	по растворам	—
2	250	—	"	0.64	—	—
3	250	—	"	0.64	—	—
2. Выпариванием в свинцовой чашке						
1	250	—	"	0.65	—	—
2	250	—	"	0.64	78.8	—

*) Буры взяты больше обычного потому, что шфель содержал в большом количестве Al_2O_3 .

Проверка полученных результатов.

В 100 гр. эфеля содержится	0,325	мгр. золота
Извлечено по растворам	0,256	» »
В 100 гр. хвостов должно остаться	0,069	» » 100 ⁰ / ₀
Извлечено из хвостов 1. Обыкновенной плавкой	0,05	» » 72,4 ⁰ / ₀
» » » 2. Плавкой с последующей промывкой	0,063	» » 91,3 ⁰ / ₀
» » » 3. Плавкой с предварительным фиксированием	0,07	» » 100,0 ⁰ / ₀

Авенировский эфель.

Эфель обрабатывался в тех же условиях, что и предыдущие. Извлечение определялось по растворам и хвостам. Результаты и подробности произведенных определений помещены в таблице 17.

Таблица 17.

СПОСОБ ОПРОБОВАНИЯ.	Навеска хвостов гр. или количество раствора кб. см.	Вес верк-боя гр.	Содерж. золота в 100 гр. эфеля мгр.	Получено золота мгр.	Средний % извлечения золота.	Промывка смесью гр. глета+гр. винного камня.
Опробование хвостов.						
1. Обыкновенный способ:						
1.	100	45	0.71	0.095	—	—
2.	100	46	»	0.095	86.6	—
2. Способ с последующей промывкой:						
1.	100	61	»	0.115	—	35+4
2.	100	61	»	0.115	83.8	35+4
3. Способ с предварительным фиксированием:						
1.	100	51	»	0.13	—	—
2.	100	53	»	0.13	81.7	—
Опробование растворов.						
1. Выпариванием в свинцовой чашке:						
1.	250	—	»	1.45	—	—
2.	250	—	»	1.44	—	—
3.	250	—	»	1.46	81.7	—

Проверка:

В 100 гр. эфеля содержится	0,71	мгр. золота
Извлечено по растворам	0,58	» »
В 100 гр. хвостов должно остаться	0,13	» » 100 ⁰ / ₀
Извлечено из хвостов 1. Обыкновенной плавкой	0,095	» » 73,1 ⁰ / ₀
» » » 2. Плавкой с последующей промывкой	0,115	» » 88,5 ⁰ / ₀
» » » 3. Плавкой с предварительным фиксированием	0,13	» » 100 ⁰ / ₀

Как следовало ожидать, разница в извлечении по растворам и по хвостам при опробовании последних обыкновенной плавкой получилась значительная. Для Авенировского эфеля в 5,8%, для Маринского эфеля в 4,9%. Обращаясь к рассмотрению цифр извлечения золота из хвостов, полученных по способу плавки с фиксированием, находим в них подтверждение выводов, сделанных на основании опытов с искусственными хвостами. Извлечение золота по растворам и по хвостам вполне совпадает. Что касается степени точности способа с последующей промывкой шлаков, то как видим результаты получились несколько ниже. Объясняется это теми же причинами, как и в случае искусственных хвостов. То количество свинца, которое бралось для промывки (50% от веса свинца, восстанавливаемого при обыкновенном способе) оказалось недостаточным, чтобы собрать все золото. Способ может быть применен только в том случае, если предварительно установлен минимум количества свинца для промывки, который обеспечит полное извлечение золота.

На основании всего вышеизложенного практическое выполнение способов опробования хвостов цианистых заводов, выработанное по литературным указаниям и по результатам произведенных опытов, представляется в следующем виде.

Проба хвостов, достаточно подсушенная, измельчается до 120—150 отверстий. Чем тоньше измельчение, тем теснее будет контакт с флюсами и тем скорее и полнее произойдет шлакование и извлечение золота*). От измельченных хвостов берутся средние пробы весом 100—150 гр.

Способ с предварительным фиксированием.

Проба помещается в фарфоровую чашку, к ней прибавляется около одного грамма цианистого калия в растворе, 20—30 куб. см. 5%-го раствора CuSO_4 , 10—15 куб. см. 15%-го раствора Na_2SO_3 , 10—15 куб. см. 10%-ой H_2SO_4 . После каждого прибавления раствора содержимое чашки тщательно перемешивается стеклянной палочкой. Проба выпаривается до суха на водяной бане и плавится в одном или двух тиглях с флюсами, взятыми в следующей пропорции:

на одну весовую часть хвостов 1,25 в.ч. глета
1,25 » соды
0,5 » буры.

Восстановителя следует брать такое количество, чтобы получить королек свинца не менее 45 гр. Полученный веркблей сокращается и купелируется.

Способ опробования с промывкой.

Плавка ведется в условиях, идентичных с обыкновенным способом опробования золотосодержащих руд. После того, как плавка закончена и шлаки приобрели ровную, спокойную поверхность, тигель вынимается из горна, немного охлаждается, и сверху засыпается смесь глета с восстановителем. Количество свинца для промывки должно быть взято не менее 100% от веса веркблея, получающегося при обыкновенном способе опробования. Тигель вновь возвращается в горн, проба перегревается и выливается в изложницу. Полученный королек свинца сокращается и купелируется.

Выводы.

В данной работе были испытаны главнейшие способы опробования хвостов цианистых заводов. Исследование дало следующие результаты.

1. В хвостах от цианирования руд, эфелей и илов часть золота заключается в виде комплекса KAu(CN)_2 , не отмытого от материала или им

*) Hamilton³⁾ рекомендует тоньше измельчать также и глет.

адсорбированного. Вследствие «молекулярного» распределения в массе хвостов, такое золото при опробовании хвостов помощью обыкновенной тигельной плавки неполностью собирается в веркблее, и содержание золота в хвостах оказывается ниже действительного. Как следствие этого для процентного извлечения золота из эфелей и других золотосодержащих материалов по пробе хвостов получается цифра на 2—6% выше действительной.

2. Наиболее точными способами опробования хвостов следует признать плавку хвостов с последующей промывкой и способ с предварительным фиксированием золота по Christy.

3. Из указанных двух способов, способу с предварительным фиксированием золота следует отдать предпочтение, как более простому и быстрому.

4. При обыкновенной тигельной плавке хвостов количество восстановленных капель свинца недостаточно для осуществления полного контакта со всеми молекулами золотого комплекса или выделившимися при его разложении частицами золота, распыленными в массе шихты, отчего часть их ускользает от определения. При предварительном фиксировании золота из состояния молекулярного переводится в сплав с медью; частицы золота получают, так сказать, дополнительную нагрузку, увеличиваются в весе и объеме, благодаря чему полностью извлекаются даже тем количеством металлического свинца, которое восстанавливается при обыкновенной тигельной плавке. Помимо свинца, как коллектора золота, при тигельной плавке весьма существенную роль играет также и медь, выделяющаяся в самой шихте при ее плавке, благодаря разложению комплекса, $\text{Cu}_2(\text{CN})_2 \cdot 2\text{KCN}$, введенного в шихту в количестве, во много раз превышающем количество аналогичного золотого комплекса. Медь же, как известно, является, наряду со свинцом, одним из лучших коллекторов золота.

В заключение считаю своим приятным долгом принести глубокую благодарность проф. В. Я. Мостовичу за руководство, советы и указания при выполнении мною настоящей работы.

Литература.

1. A. M. Ar. Johnston. A Text-Book of Rand Metallurgical Practice (1913), 308.
2. Ed. Bugbee. A Text-Book of Fire Assaying (1922), 234.
3. E. M. Hamilton. Manual of Cyanidation (1920), 154, 155, 156, 52.
4. Proceedings of Chemical, Metall. and Mining Soc. of S. A., vol. II, 372.
5. M. Whitby. Journal Chem. Metal. and Min. Soc. of S. A., March, (1906) — оригинал работы на месте не удалось получить.
6. Trans. Amer. Inst. Min. Eng. Vol. XXVI, (1897), 735.
7. J. Clennell. Cyanide Hand-Book (1910), 443, 335.
8. J. Clennell. The Chemistry of Cyanide Solutions (1910), 117.
9. В. Пазухин. О действии сульфидов на растворы золота в цианистом калии. Ж. Р. М. О. 1916.
10. В. Доменов „Уральский техник“ (1910) № 6—7, 25.
11. В. Я. Мостович и В. А. Пазухин. Исследование золотосодержащих руд в Мет. лаб. I Т. Т. И. (1918), 11.
12. В. Я. Мостович. Пробирное искусство (1913), 91.

Диаграмма.

Кривые разложения смеси K Au (CN)_2 , KCN и K_2CO_3 при прокаливании от 130° до 1012°

К статье С. Анисимова: Опробование хвостов цианистых заводов.

