

РОССИЙСКАЯ ФЕДЕРАЦИЯ

(19) **RU** **2 434 063** ⁽¹¹⁾ ⁽¹³⁾ **C1**

ФЕДЕРАЛЬНАЯ СЛУЖБА
ПО ИНТЕЛЛЕКТУАЛЬНОЙ СОБСТВЕННОСТИ,
ПАТЕНТАМ И ТОВАРНЫМ ЗНАКАМ

(51) МПК

[C22B 11/02 \(2006.01\)](#)[G01N 33/20 \(2006.01\)](#)**(12) ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К ПАТЕНТУ**

Статус: не действует (последнее изменение статуса: 17.08.2015)

(21)(22) Заявка: [2010134121/02](#), 13.08.2010(24) Дата начала отсчета срока действия патента:
13.08.2010

Приоритет(ы):

(22) Дата подачи заявки: 13.08.2010

(45) Опубликовано: [20.11.2011](#) Бюл. № 32

(56) Список документов, цитированных в отчете о поиске: **Пробоотбирание и анализ благородных металлов. Справочник под ред. И.Ф. Барышникова. - М.: Металлургия, 1978, с.131-136. RU 2288288 C1, 27.11.2006. SU 1431482 A1, 15.11.1993. SU 1695168 A1, 30.11.1991. RU 2307181 C1, 27.09.2007. RU 2337162 C1, 27.10.2008. FR 2493342 A, 07.05.1982. US 6461400 B1, 08.10.2002.**

Адрес для переписки:

620002, г.Екатеринбург, ул. Мира, 19, УрФУ,
Центр интеллектуальной собственности,
Т.В. Маркс

(72) Автор(ы):

**Лобанов Владимир Геннадьевич (RU),
Викулов Василий Иович (RU),
Набиуллин Фарит Миннихметович (RU),
Начаров Владимир Борисович (RU),
Филонов Николай Александрович (RU),
Семина Ирина Николаевна (RU)**

(73) Патентообладатель(и):

**Федеральное государственное автономное
образовательное учреждение высшего
профессионального образования
"Уральский федеральный университет
имени первого Президента России Б.Н.
Ельцина" (RU)**

(54) СПОСОБ ОПРЕДЕЛЕНИЯ ЗОЛОТА В РУДАХ И КОНЦЕНТРАТАХ

(57) Реферат:

Изобретение относится к металлургии, в частности к пробирному определению золота в рудах и концентратах. Способ определения золота в рудах и концентратах включает окислительный обжиг и последующую плавку огарка с флюсами, оксидом свинца и восстановителем для получения золото-свинцового сплава. Затем проводят его купелирование, выделение и взвешивание золотой корточкой. При этом окислительный обжиг проводят с добавлением оксида или пероксида кальция или бария в количестве 110-130% от стехиометрически необходимого для связывания серы в сульфат кальция или бария при температуре 400-700°C в течение 30-60 минут. Полученный огарок плавят для получения золото-свинцового сплава. Техническим результатом является более точное определение золота. 1 табл.

Изобретение относится к области аналитической химии благородных металлов, а именно к пробирному анализу, и может быть использовано для определения

содержания золота в сульфидных и углистых рудах и концентратах, а также в других рудных материалах различного минералогического типа и продуктах их технологической переработки (хвостах, концентратах и пр.), в которых предположительно возможно наличие органических соединений золота.

Единственным методом количественного определения благородных металлов в рудах и промпродуктах с содержанием менее 0,1-0,5% является пробирный анализ, в основе которого плавка с целью коллектирования благородных металлов из расплавленной шихты свинцом или реже медью. Навеску исходного материала смешивают с оксидом металла-коллектора и флюсами, обеспечивающими получение легкоплавкой смеси при плавке. Для восстановления свинца в шихту добавляют восстановитель, например активированный уголь. Плавку тщательно перемешанной шихты проводят в шамотных тиглях при температуре 1000-1200°C (1. Пробоотбирание и анализ благородных металлов. Справочник. Под ред. Барышникова И.Ф., М., Металлургия, 1978). Образующийся при плавке свинец полностью коллектирует благородные металлы и оседает на дно тигля. После охлаждения свинцовый сплав (веркблей) отделяют от шлака и подвергают окислительной возгонке (купелированию) при температуре 900-1100°C. Свинец при этом окисляется и в виде оксида частично возгоняется, а большей частью вместе с примесями оксидов неблагородных металлов впитывается пористой массой капли. Благородные металлы в виде королька остаются на поверхности капли. На последней стадии королек анализируют тем или иным методом и определяют исходное содержание золота и серебра в исходном материале.

С целью упрощения и ускорения анализа предложено пробирную плавку проводить в присутствии щелочи. Плавку ведут при температуре 600-800°C в течение 10-30 минут; в состав шихты на 10 г пробы входят: 20-50 г гидроксида натрия или калия, 2-20 г буры, 1-10 г соды, 15-30 г глета, 1-3 г муки (2. Патент РФ №2288288 от 27.11.2006. Способ пробирного определения золота в рудах и продуктах их переработки).

Важнейшим источником благородных металлов являются руды и концентраты с высоким содержанием сульфидов и углерода (пирита, арсенопирита, углистых сланцев). Непосредственная пробирная плавка таких материалов дает заниженный результат вследствие потерь золота, растворенного в фазе штейна. Обычно анализ таких материалов проводят плавкой с особым составом шихты, например с добавкой селитры, предотвращающей образование штейна, или с добавкой металлического железа (1). В любом случае потери золота и серебра в шлаках получаются заметно выше, чем в шлаках плавки окисленных руд.

Наиболее близким по технической сути к предлагаемому изобретению является способ пробирного определения золота в рудах и продуктах их переработки, включающий предварительный окислительный обжиг исходного материала при температуре 450-700°C и последующую плавку огарка с оксидом свинца, флюсами и восстановителем для получения золото-свинцового сплава, его купелирование, выделение и взвешивание золотой корточкой (1, с. 136) Предотвращение образования штейна при плавке позволяет получить лучшие результаты по золоту при анализе.

Вместе с тем предварительный окислительный обжиг навесок сульфидных руд и концентратов неизбежно сопровождается потерями летучих соединений золота, наличие которых во многих рудах отмечается многими специалистами, например:

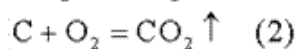
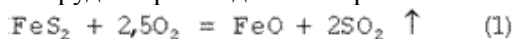
(3. Электролитическое растворение золота. *Electrolytic extraction of gold / Styrkas A.D. // Extract. Met. Gold and Base Metals. - Melbourne, 1992. - С.355-359*). В этой связи результаты анализа руд и концентратов указанного типа нередко оказываются заниженными.

Настоящее изобретение направлено на устранение указанного недостатка и имеет целью более точное определение золота.

Указанный технический результат достигается тем, что окислительный обжиг проводят с добавлением оксида или пероксида кальция или бария в количестве 110-130% от стехиометрически необходимого для связывания серы в сульфат кальция или бария, смесь подвергают окислительному обжигу при температуре 400-700°C в течение 30-60 минут и полученный огарок плавят на золото-свинцовый сплав.

Некоторые руды и концентраты содержат золото не только в виде металлических частиц различной крупности, но и в небольших количествах в виде соединений золота с органическими производными, прежде всего с гуминовыми кислотами. В наибольшей степени наличие органических соединений золота характерно для сульфидных, черносланцевых и углистых руд. Исследованиями установлено, что органические соединения золота при температурах более 300-500°C возгоняются и при избытке кислорода разлагаются в результате окисления органической основы. Золото, образующееся в этих условиях в виде тончайших частиц, остается в объеме

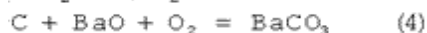
материала. Нагрев и окисление сульфидных минералов, углистых веществ указанных типов руд сопровождается образованием больших количеств газовых продуктов



Диффундирующие из объема интенсивные потоки газовых продуктов захватывают как возгоны органических соединений золота, так и его микрочастицы, образовавшиеся при окислении органики. Подобное «улетучивание» золота происходит как при обжиге навесок, так и в процессе плавки исходного материала.

Для уменьшения выноса золота и потерь его при анализе необходимо сократить или полностью исключить выделение газовых продуктов при нагревании навески руды или концентрата.

Нагрев сульфидных и углистых материалов на воздухе или, другими словами, обжиг в присутствии кальций- или барийсодержащих соединений сопровождается образованием термоустойчивых сульфатов и карбонатов



Выделение газовых продуктов (SO_2 и CO_2) из объема навески в этих условиях минимально. Улетучивание и потери золота при обжиге и плавке также сводится к минимуму. Последующая плавка огарка позволяет сколлектировать как изначально металлическое золото, так и образовавшееся при разложении его органических соединений. Полученные результаты анализа в целом оказываются больше.

Введение в обжигаемый материал твердого окислителя позволяет снизить температуру обжига и еще в большей степени уменьшить диффузионные потоки, с которыми возможно улетучивание золота. В качестве такого твердого окислителя целесообразно использовать перекись кальция CaO_2 или бария BaO_2



Расход кальций- или барийсодержащих добавок для проведения обжига должен обеспечивать полное связывание серы и углерода в термоустойчивые соединения. Опыты показывают, что достаточно добавлять 110-130% от массы, необходимой по стехиометрическим расчетам.

Температура термической обработки руды или концентрата должна быть минимально необходимой, при которой процесс протекает с достаточной скоростью. При высоких температурах становится возможным локальное спекание реакционной смеси и неполное разложение золотосодержащих сульфидов. Результаты последующей плавки будут занижены. Исследованиями установлено, что при использовании оксидов BaO и CaO оптимальной является температура 500-700°C, а в случае использования твердых окислителей температура может быть ниже 400-600°C.

Продолжительность обжига должна составлять 30-60 минут в зависимости от толщины слоя реакционной смеси, интенсивности ее перемешивания в обжиговой печи и температуры.

Реализация предлагаемого способа анализа рассмотрена в следующих примерах:

Методом пробирной плавки анализировали флотационный концентрат, содержащий FeS_2 85%, PbS 5%, CuFeS 2%, 20 г/т золота.

1. В первом случае проводили плавку с селитрой (состав шихты см. 1, с.133).
2. Во втором опыте навеску концентрата подвергли предварительному окислительному обжигу при температуре 450-700°C в течение 60 минут. Огарок плавил с использованием шихты традиционного состава (1, с.131-133)
3. В последующих опытах предварительный обжиг проводили с добавками оксидов или пероксидов Ca или Ba . Варьировали массой добавок, температурой и продолжительностью обжига. При последующей плавке огарков использовали шихту, аналогичную той, что приведена во 2 опыте. Поскольку при обжиге в этих опытах масса огарка увеличивается за счет образования сульфатов и карбонатов (см. реакции 3 и 4), то количество флюсов было откорректировано.

Свинцовые сплавы (веркблеи), полученные при плавке, купелировали, королек разваривали в азотной кислоте традиционным методом и золотую корточку взвешивали.

Содержание золота в огарке пересчитывали на массу исходной навески концентрата.

Все опыты проводили в двух параллелях, результаты усредняли.

Результаты опытов приведены в таблице.

№ опыта	Масса навески концен., г	Вид добавки	Масса добавки, % от стехио. необх.	Темпер. обжига, °С	Продолж. обжига, мин	Содерж. Au в огарке, г/т	Содерж. Au в расчете на исходную навеску, г/т

1	50	Непосредственная плавка с селитрой				19,8	19,8
2	50	Окислитель, обжиг без добавок		500-700	60	20,3	20,1
3	50	CaO	105	500	50	15,2	20,2
4	50	CaO ₂	110	500	50	18,3	23,7
5	50	BaO	130	500	50	15,1	22,8
6	50	BaO ₂	140	500	50	12,8	23,1
7	50	CaO	120	600	50	17,4	21,9
8	50	CaO ₂	125	600	50	17,2	22,4
9	50	BaO	125	600	50	16,9	22,5
10	50	BaO ₂	120	600	50	17,3	23,1
11	50	CaO	100	300	30	14,2	18,9
12	50	CaO	110	400	40	17,3	22,4
13	50	CaO	120	500	50	16,9	23,1
14	50	CaO	130	600	50	17,2	23,0
15	50	CaO	140	700	60	17,5	22,9
16	50	CaO	120	700	50	17,0	23,2
17	50	CaO	120	750	70	17,0	22,8
18	50	CaO	120	600	25	17,0	20,2

Сопоставительный анализ известных технических решений, в т.ч. способа, выбранного в качестве прототипа, и предлагаемого изобретения позволяет сделать вывод, что именно совокупность заявленных признаков обеспечивает достижение усматриваемого технического результата. Реализация предложенного метода анализа дает возможность повысить полноту определения золота из некоторых типов руд и концентратов на 10-15%.

Формула изобретения

Способ определения золота в рудах и концентратах, включающий окислительный обжиг и последующую плавку огарка с флюсами, оксидом свинца и восстановителем для получения золотосвинцового сплава, его купелирование, выделение и взвешивание золотой корточкой, отличающийся тем, что окислительный обжиг проводят с добавлением оксида или пероксида кальция или бария в количестве 110-130% от стехиометрически необходимого для связывания серы в сульфат кальция или бария при температуре 400-700°C в течение 30-60 мин, и полученный огарок плавят для получения золотосвинцового сплава.

ИЗВЕЩЕНИЯ

ММ4А Досрочное прекращение действия патента из-за неуплаты в установленный срок пошлины за поддержание патента в силе

Дата прекращения действия патента: **14.08.2012**

Дата публикации: [10.06.2013](#)