



**Негосударственное частное образовательное учреждение
высшего образования
«Технический университет УГМК»**

**МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ
К ВЫПОЛНЕНИЮ ЛАБОРАТОРНЫХ РАБОТ ПО ДИСЦИПЛИНЕ
МЕТАЛЛУРГИЯ ЗОЛОТА И СЕРЕБРА**

Направление подготовки	22.03.02 Metallurgy
Профиль подготовки	Metallurgy of non-ferrous metals
Уровень высшего образования	Applied Bachelor

Рассмотрено на заседании кафедры Metallurgy
Одобрено Методическим советом университета 30 июня 2021 г., протокол № 4

г. Верхняя Пышма
2021

Задания и методические указания к выполнению лабораторных работ составлены в соответствии с рабочей программой дисциплины «Металлургия золота и серебра».

Код направления и уровня подготовки	Название направления	Реквизиты приказа Министерства образования и науки Российской Федерации об утверждении и вводе в действие ФГОС ВО	
		Дата	Номер приказа
22.03.02	Металлургия	04.12.2015	1427

Автор – разработчик /Дата создания/	Лобанов Владимир Геннадьевич, к.т.н., профессор	
Эксперт	Скопов Геннадий Вениаминович, главный специалист Управления стратегического планирования ООО «УГМК-Холдинг», д-р техн. наук, ст.науч.сотр.	
Научный руководитель программы /Дата утверждения/	Мастюгин Сергей Аркадьевич, д-р техн. наук, доцент	
Продолжительность модуля/дисциплины:	216 (6 ЗЕ)	
Место проведения	Учебные аудитории Технического университета УГМК	
Цель модуля/дисциплины:	По окончании обучения бакалавры будут способны: - сочетать теорию и практику для решения инженерных задач; - применять в практической деятельности принципы рационального использования природных ресурсов и защиты окружающей среды; - рассчитать металлургический баланс	

Лабораторные работы по дисциплине предусмотрены в объеме 32 часов (очная форма обучения) и в объеме 8 часов (заочная форма обучения). Они имеют целью под руководством преподавателя на практике закрепление обучающимися, полученных на лекциях теоретических знаний.

Лабораторные работы для очной формы обучения

Код раздела, темы	Номер занятия	Тема занятия	Время на проведение занятия (час.)
T3	1	Химия серебра	12
T4	2	Сорбционное разделение меди и серебра	12
T6	3	Пробирный анализ золотосодержащих материалов	8
Всего:			32

Лабораторные работы для заочной формы обучения

Код раздела, темы	Номер занятия	Тема занятия	Время на проведение занятия (час.)
T3	1	Химия серебра	8
Всего:			8

Лабораторная работа № 1. Тема: Химия серебра

Тип практического занятия - лабораторная работа в составе группы

Устные вопросы по теме лабораторной работы:

- физико-химические свойства серебра;
- особенности цианирования;
- химизм процессов цианирования;
- химизм процессов выделения серебра из растворов;

Лабораторная работа:

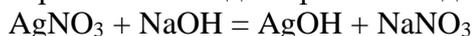
- выбор основного и вспомогательного оборудования, составление схемы рабочей установки;
- выбор и подготовка основных и вспомогательных материалов;
- выполнение опытов:

Опыт 1. Получение галоидов серебра

Налив в три стаканчика по 1-2 мл 10%-го раствора нитрата серебра, разбавление водой и осадка хлорида, бромид йодид серебра, промывка осадков декантацией и оставить для последующих опытов. Осадок хлорида серебра выставить на яркий свет, на котором он потемнеет - признак его светочувствительности.

Опыт 2. Получение гидроксида серебра

К раствору нитрата серебра добавить раствор едкого натра. Образовавшийся тёмно-коричневый осадок промыть водой.



Осадок перенести на фильтр и осторожно подсушить, после дегидратации получается окись серебра:

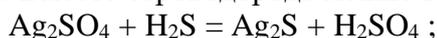


Оксид серебра сравнительно малоустойчивое соединение - свободная энергия её образования только - 2,6 кКал/моль и убывает с повышением температуры. Поэтому при нагреве до 200°C он разлагается с образованием металлического серебра в виде мягкой пористой губки. Прodelать это и написать уравнение реакции. Оксид серебра растворим в воде значительно сильнее, чем оксиды других тяжёлых металлов (произведение растворимости гидроксида при 25°C равно $\text{Pr} = 2,0 \cdot 10^{-8}$).

Приготовление насыщенного раствора гидроксида серебра и определение рН раствора (оно должно быть около 10). Используя относительно большую растворимость AgOH можно произвести грубую чистку растворов нитрата серебра от примесей тяжёлых металлов. Для этого к раствору AgNO₃ добавляют осадок гидроксида серебра в достаточном избытке, тщательно перемешивают и дают постоять несколько дней. Образовавшийся осадок, содержащий нежелательные примеси, отфильтровывают. При такой очистке в раствор не вводятся посторонние ионы.

Опыт 3. Получение сульфида серебра

Сульфид серебра можно получить пропуская сероводород через раствор какой-либо серебряной соли (нитрат лучше не брать, так как осадок будет немного загрязнён серой). Вместо сероводорода можно взять сульфид аммония или натрия:



Сульфид серебра очень устойчивое соединение, практически нерастворимое в любых реагентах, не обладающих окислительным действием. Произведение растворимости его $\text{Pr} = 1,2 \cdot 10^{-49}$, встречается в природе в виде минерала аргентита.

Сульфат серебра, пригодный для проведения опыта, получают растворением металлического серебра в расчётном количестве серной кислоты при сильном нагревании:



Чистый сульфат серебра получают смешением концентрированного раствора нитрата серебра с расчётным количеством серной кислоты (1:1), центрифугированием осадка, растворением его в горячей концентрированной серной кислоте и кипячением

для удаления азотной кислоты. Кристаллы кислой соли обрабатывают водой, выпавшую среднюю соль промывают водой и высушивают при 110°C.

Опыт 4. Ксантогенат серебра

Аналогично золоту и многим другим тяжёлым металлам ион серебра взаимодействует с ионом ксантогената, давая очень трудно растворимый жёлтый осадок ксантогената серебра (как и с другими сульфгидрильными реагентами-собирателями). Поскольку ион серебра обладает очень большим сродством к сере, при получении ксантогенатов серебра надо соблюдать некоторые предосторожности (избыток ионов серебра разлагает ксантогенат серебра и осадок чернеет вследствие образования сульфида серебра). Лучше всего осаждать ксантогенат серебра из тиосульфатного раствора:

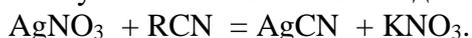


Произведение активности этилового ксантогената серебра при 25°C

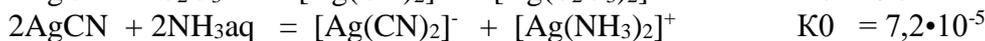
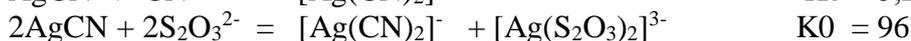
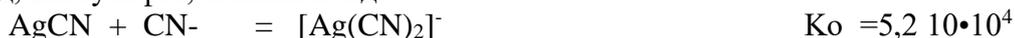
$\text{Pr} = 4,5 \cdot 10^{-19}$, а с удлинением углеводородной цепи радикала резко снижается.

Опыт 5. Простой цианид серебра

Поскольку ион цианида в известной мере является аналогом галоидов, цианид серебра получают аналогично галоидам серебра:



К раствору цианида калия добавляют эквивалентное количество азотнокислого серебра; выпавший осадок отфильтровывают и хорошо промывают. Препарат устойчив на свету, трудно растворим в воде ($\text{Pr} = 8,4 \cdot 10^{-17}$), но растворим в растворах, содержащих цианид, тиосульфат, аммиак и т.д.



Опыт 6. Комплексный цианид серебра (цианоаргентит калия)

Препарат получают растворением простого цианида серебра в растворе цианида калия, взятого с небольшим недостатком (чтобы не загрязнять раствор избыточным цианидом калия). Нерастворившийся цианид серебра отфильтровывают, раствор упаривают, соль кристаллизуют, отделяют от маточного раствора на фильтрующем кварцевом тигле, промывают ледяной водой и сушат над P_2O_5 . Для получения особо чистого препарата соль (без сушки) можно перекристаллизовать еще 1-2 раза. Цианоаргентат калия - бесцветные кристаллы, хорошо растворимые в воде (I весовая часть соли в 4 весовых частях воды при 20°C). При подкислении разлагается с выделением осадка простого цианида серебра. Константа диссоциации цианистого комплекса серебра при 25°C равна $1,6 \cdot 10^{-21}$.

- обработка и обобщение полученных результатов лабораторной работы;
- подготовка вывода по работе;
- оформление индивидуального отчета;
- защита отчета.

Результатом успешного выполнения лабораторной работы студентом считается:

- умение экспериментально подтвердить теоретические положения;
- умение выбирать и готовить исходные материалы, выбирать оборудование и составлять схему рабочей установки;
- умение выполнять работу по выделению благородных металлов из растворов в различных условиях;
- умение обрабатывать и обобщать полученные результаты лабораторной работы, оформлять индивидуальный отчет;
- умение готовить предложения для принятия обоснованного решения.

Лабораторная работа № 2. Тема: Сорбционное разделение меди и серебра

Тип практического занятия - лабораторная работа в составе группы

Устные вопросы по теме лабораторной работы:

- возможные методы очистки и регенерации отработанных электролитов;
- достоинства метода сорбции в сравнении с другими;
- факторы влияющие на степень разделения серебра и меди;
- требования, предъявляемые к сорбенту;
- элюирующее действие азотной кислоты.

Лабораторная работа:

- выбор основного и вспомогательного оборудования, составление схемы рабочей установки;
 - выбор и подготовка основных и вспомогательных материалов (Используемый ионит: амфолит АНКБ-35 в Н - NO₃ – форме, рабочий раствор - Примерный состав: Cu - 2 г/дм³, Ag - 1 г/дм³, HNO₃ - 3-5 г/дм³);
 - выполнение работы в соответствии с методикой: подготовка 400 мл модельного электролита заданного состава, навески залить 50 мл приготовленного раствора в конических колбах и поместить на вибростол; после установления состояния равновесия (через 24 ч) амфолит отделяют от раствора и растворы анализ на содержание меди и серебра; перенести амфолит, насыщенный ионами меди, в свободную коническую колбу и добавить раствор азотной кислоты для десорбции поглощённой меди и регенерации амфолита;
 - обработка и обобщение полученных результатов лабораторной работы;
 - подготовка вывода по работе;
 - оформление индивидуального отчета;
 - защита отчета.
- Результатом успешного выполнения лабораторной работы студентом считается:
- умение экспериментально подтвердить теоретические положения;
 - умение выбирать и готовить исходные материалы, выбирать оборудование и составлять схему рабочей установки;
 - умение выполнять работу по исследованию возможности сорбционного разделения катионов меди (II) и серебра из азотнокислых растворов в различных условиях;
 - умение обрабатывать и обобщать полученные результаты лабораторной работы, оформлять индивидуальный отчет;
 - умение готовить предложения для принятия обоснованного решения.

Лабораторная работа № 3. Тема: Пробирный анализ золотосодержащих материалов

Тип практического занятия - лабораторная работа в составе группы

Устные вопросы по теме лабораторной работы:

- технологическая схема пробирного анализа;
- методы взятия пробы анализируемого материала;
- цели тигельной плавки, шерберования, купелирования и их сущность;
- состав шихты тигельной плавки;
- особенности методики расчета шихты тигельной плавки;
- физико-химические процессы, происходящие при тигельной плавке на веркблей;

Лабораторная работа:

- выбор основного и вспомогательного оборудования, составление схемы рабочей установки;
- выбор и подготовка основных и вспомогательных материалов (золотосодержащая руда крупностью 90 % класса минус 0,074 мм, сода (Na₂CO₃), глет (PbO). бура (Na₂B₄O₇), селитра (NaNO₃ или KNO₃), коксик или древесный уголь, азотная кислота разбавленная (1:6 и 1:1), мел прессованный, дистиллированная вода).

- выполнение работы в соответствии с методикой:

расчет шихты тигельной плавки, подготовка и взвешивание компонентов шихты. Для определения содержания золота в руде или продуктах ее переработки необходимо предварительное измельчение опробуемого материала до крупности не более 0,1 мм (90 % класса – 0,074 мм).

При отборе пробы нужно следить, чтобы из квадрата материал отбирался по всей его толщине, так как свободное золото, благодаря своей удельной массе способно концентрироваться в нижних слоях. Вторую навеску (тоже 50 г) отбирают в таком же порядке, но из тех квадратов, которые не опробовались при отборе первой пробы. При определении содержания золота в сухой пробе, как правило, ведут два параллельных анализа. Отдельно взвешивают рассчитанное количество глета, флюсов и восстановителя. Шихтовка с пересыпанием шихты в бумажный пакет. Тигельная плавка. Плавку ведут в электрической печи с постоянным повышением температуры до 1000-1100 °С, в течение 45-60 мин. В конце плавки температуру повышают до 1100-1200 °С. Об окончании плавки судят по прекращению выделения пузырьков диоксида углерода, однородности и жидкотекучести шлака. Разлив и охлаждение продуктов плавки. Содержимое изложницы охлаждают до затвердевания веркблея. Следует помнить, что температура остывания свинца (327 °С) значительно ниже температуры затвердевания шлака (около 700 °С) и о затвердевании веркблея судить по затвердеванию шлака нельзя. Нужно ждать потемнения поверхности шлака. Разделение веркблея и шлака. Шерберование проводят в шерберах, которые предварительно разогревают в муфеле при температуре 500-600 °С в течение 10-15 мин вместе с загруженной в них бурой, взятой из расчета 0,5-1,0 г на 40 г свинца (веркблея).

Купелирование ведут в муфеле на капелях, изготовленных из костяной муки или из магнезита. Сырую капель очищают от крошек, выравнивают края, ставят в муфель и прокаливают 20-30 мин. с постоянным повышением температуры до 900 °С. В прокаленную капель, не имеющую дефектов (трещин, раковин и др.) специальными щипцами кладут веркблей. По мере окисления свинца температура плавления сплава золота и серебра со свинцом повышается, поэтому во избежание "замерзания" по окончании купелирования температуру в муфеле необходимо повысить до 900 - 1000 °С. К концу купелирования форма королька все более приближается к сферической. Когда на корольке остается только пленка оксида свинца, происходит "цветение" королька. "Цветение" королька заканчивается, когда исчезают остатки оксида свинца. После этого наблюдается яркая вспышка королька (бликование) и корольки затвердевает. Купелирование заканчивается. Корольки расковывают на специальной наковальне в тонкую пластинку и помещают в фарфоровый тигель. Тигель переносят на песочную баню и приливают в него разбавленную (1:1) азотную кислоту. Растворение серебра ведут при нагревании до 75-90 °С. По окончании разваривания раствор декантируют в стакан, а золотую корточку промывают горячей дистиллированной водой не менее трех раз. Тигель с золотой корочкой сначала высушивают на песочной бане, а потом прокаливают в муфеле при температуре 500-600 °С в течение 10-15 мин. Затем тигель извлекают из муфеля и охлаждают. Золотую корточку взвешивают на пробирных весах. По весу корочки вычисляют содержание золота в опробуемом материале.

Из декантата и промывных вод обработкой насыщенным раствором NaCl осаждают серебро в виде AgCl. Осадок AgCl отфильтровывают и сдают преподавателю. Фильтрат сливают в специальную колбу.

- обработка и обобщение полученных результатов лабораторной работы;
- подготовка вывода по работе;
- оформление индивидуального отчета;
- защита отчета.

Результатом успешного выполнения лабораторной работы студентом считается:

- умение экспериментально подтвердить теоретические положения;
- умение выбирать и готовить исходные материалы, выбирать оборудование и составлять схему рабочей установки;

- умение выполнять работу по исследованию метода количественного определения содержания золота в руде и металлургических продуктах в различных условиях;
- умение обрабатывать и обобщать полученные результаты лабораторной работы, оформлять индивидуальный отчет;
- умение готовить предложения для принятия обоснованного решения.