



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

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

<b>Направление подготовки</b>	<b>22.03.02 Metallurgy</b>
<b>Профиль подготовки</b>	<b>Metallurgy of non-ferrous metals</b>
<b>Уровень высшего образования</b>	<b>Applied Bachelor's</b>

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 закрепить полученные 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
<b>Всего:</b>			32

#### Лабораторные работы для заочной формы обучения

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

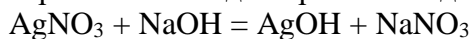
- выбор основного и вспомогательного оборудования, составление схемы рабочей установки;
- выбор и подготовка основных и вспомогательных материалов;
- выполнение опытов:

### 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:

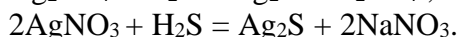
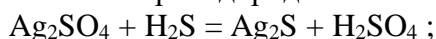


Оксид серебра сравнительно малоустойчивое соединение - свободная энергия её образования только - 2,6 кКал/моль и убывает с повышением температуры. Поэтому при нагреве до 200°C он разлагается с образованием металлического серебра в виде мягкой пористой губки. Прodelать это и написать уравнение реакции. 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 pH 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 AgNO<sub>3</sub> 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.

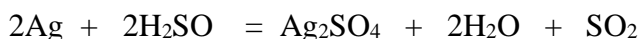
### Опыт 3. Получение сульфида серебра

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-собирающими). 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:

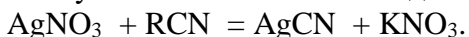


Произведение активности этилового ксантогената серебра при 25°C

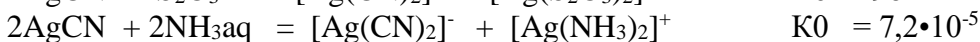
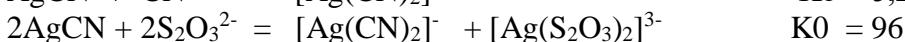
$\text{Pr} = 4,5 \cdot 10^{-19}$ , а с удлинением углеводородной цепи радикала резко снижается.

#### *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  $\text{P}_2\text{O}_5$ . 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 - NO<sub>3</sub> – форме, рабочий раствор - Примерный состав: Cu - 2 г/дм<sup>3</sup>, Ag - 1 г/дм<sup>3</sup>, HNO<sub>3</sub> - 3-5 г/дм<sup>3</sup>);
- 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 (Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>), глет (PbO). бура (Na<sub>2</sub>B<sub>4</sub>O<sub>7</sub>), селитра (NaNO<sub>3</sub> или KNO<sub>3</sub>), 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.