

Д-173

ГЕОМЕТРИЧЕСКИЙ
НАУЧНО-ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ ИНСТИТУТ

Передан в Библиотеку
Музея

НА ДОМ
НЕ ВЫДАЕТСЯ

Диссертационная работа
Ст. научн. работника Государст-
венного Научно-Исследователь-
ского Института по золоту
и спутникам "Гинзолото"
и и.о. Профессора Сибирского
Горного Ин-та по цветным ме-
таллам и золоту.

Инж.-технолог Кропачева, Г.К.

ДИССЕРТАЦИОННАЯ РАБОТА

Старшего научного работника Государственного Научно-Исследовательского Института по золоту и спутникам "ГИНЗОЛОТО" и и.о. Профессора Сибирского горного Института по цветным металлам и золоту.

Инженер-технолог КРОНАЦЕВА, Георгий Кириллович.

О Г Л А В Л Е Н И Е

I. В В Е Д Е Н И Е	I	стр.
II. Методы колориметрического определения золота	4	"
1 Приготовление стандартного раствора хлорного золота	4	"
2 Получение коллоидного золота с хлорным оловом	6	"
3 Влияние других компонентов при определениях с хлористым оловом и степень чувствительности с другими восстановителями	8	"
4 Колориметрическое определение золота бензидином	10	"
5 Колориметрическое определение золота парадиметиламинобензилиденроданином	11	"
6 Влияние других компонентов при анализах с парадиметиламинобензилиденроданином	12	"
7 В ы в о д ы	14	"
III. ОБЛАСТЬ ПРАКТИЧЕСКОГО ПРИМЕНЕНИЯ МЕТОДОВ КОЛОРИМЕТРИЧЕСКОГО ОПРЕДЕЛЕНИЯ ЗОЛОТА	14	"
1 Определение золота в рудах в полевых условиях и в хвостах после промывки золотосодержащих песков	16	"
а В ы в о д ы	28	"
2 Методы определения золота в природной воде..	27	"
а Выделение золота из раствора при помощи металлической ртути	29	"
б Выделение золота из раствора при помощи восстановленной ртути из сулемы	30	"

в	Связывание золота при помощи гидрата оксида железа	30	стр.
г	Определение золота в воде по способу Фридриха	34	"
д	Адсорбция золота из водного раствора дре- весным углем	35	"
е	В ы в о д ы	38	"
ж	Определения золота в природных водах	39	"
з	Определение золота в цианистых растворах	43	"
4	Определение золота в металлической ртути	45	"
	IV. ОБЩЕЕ ЗАКЛЮЧЕНИЕ	46	"

МЕТОДЫ КОЛИЧЕСТВЕННОГО ОПРЕДЕЛЕНИЯ ЗОЛОТА КОЛОРИМЕТРИ- ЧЕСКИМ ПУТЕМ И УСТАНОВЛЕНИЕ ОБЛАСТИ ИХ ПРАКТИЧЕСКОГО ПРИМЕНЕНИЯ.

І. В В Е Д Е Н И Е.

Классическим методом определения золота считается сухое опробование [пробирное искусство], как наиболее точно и быстро выполняемое. Возможность взятия большой навески [50-100 гр.] способствует определению малых количеств золота. Сущность его состоит в переводе навески руды, смешанной со флюсами, в жидкое состояние и в улавливании благородных металлов расплавленным металлическим свинцом, получая, так называемый, вериблей. Для выделения Au и Ag из вериблея пользуются свойствами свинца легко окисляться в PbO при высоких температурах. Затем золото ивартуется с серебром [при малом содержании последнего] и серебро удаляется азотной кислотой.¹ Но и этот метод обладает существенными недостатками: он требует довольно сложного стационарного оборудования, а корольковые [пробирные] весы имеют свой предел чувствительности.

Имеются не плохие методы аналитической химии, при помощи которых можно определять золото весовыми и объемными анализами. Все эти довольно многочисленные методы основаны на свойствах золота легко восстанавливаться из растворов своих солей от действия различных восстанавливающих веществ.

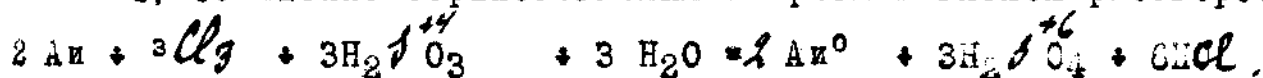
В.С. СЫРОКОМСКИЙ и Е.В. СНОПОВА дают критический обзор методов весового и объемного определения золота и опи-

1| Проф. МОСТОВИЧ - Пробирное искусство, 1932 г.

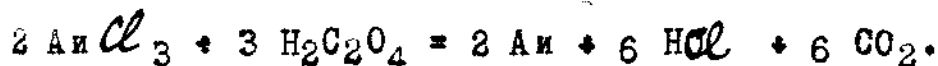
сывают работы, проделанные для проверки некоторых методов. I|

Из весовых методов они останавливаются на следующих:

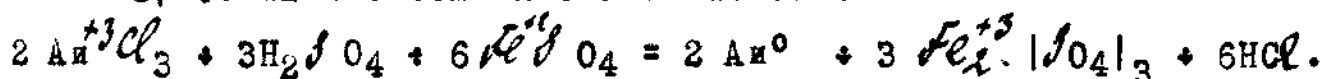
1| Осаждение сернистым натрием в кислом растворе:



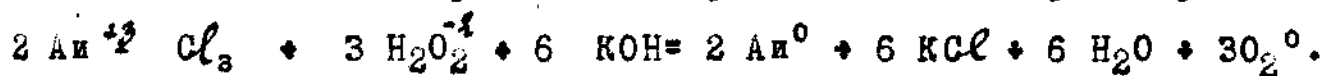
2| Осаждение щавелевой кислотой в кислом растворе:



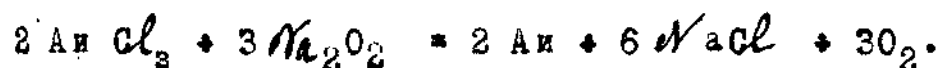
3| Осаждение солями закиси железа:



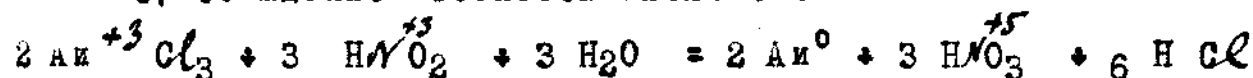
4| Осаждение перекисью водорода в щелочном растворе:



5| Осаждение перекисью натрия:



6| Осаждение азотистой кислотой:



Они дают хорошие результаты при значительном содержании золота.

Испробованные ими существующие объемные методы не дали удовлет-

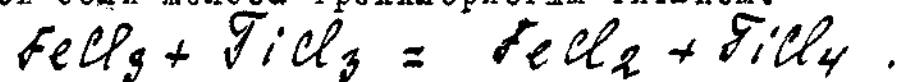
ворительных результатов, поэтому авторами был применен новый

объемный метод, основанный на восстановлении золота закисной

солью железа и последующего титрования, образовавшегося по реак-

ции: $\text{AuCl}_3 + 3 \text{ FeCl}_2 = \text{Au} + 3 \text{ FeCl}_3$ эквивалентного количества

закисной соли железа треххлористым титаном:



Индикатором служит роданистый аммоний. По точности этот метод

не уступает лучшим весовым.

В журнале "За овладение техникой", 1932 г. № 9, ст. 16

в реферируемой статье объемный метод определения золота

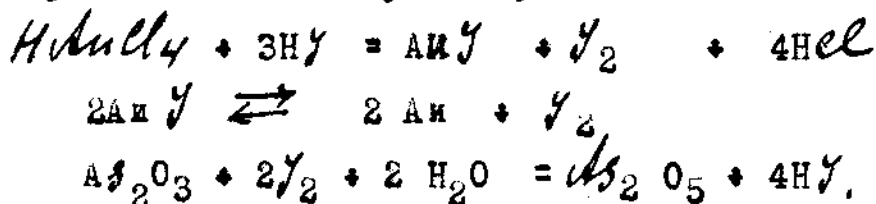
| W.B. Rollard, "Bulletin of Inst. Min. Metall.

№ 330, март 1932 г.), дается описание нового метода определения

золота в слитках, применяемого в Пробирной лаборатории в

I| Журнал "Минеральное Сырье", 1926 г. № 7|8 ст. 558-567.

Александрии. Сущность этого метода заключается в растворении сплава в царской водке и осаждении золота из раствора титрованным раствором мышьяковистой кислоты в присутствии небольшого количества комплекса $HgY_2 - HgCl_2$, ускоряющего реакции. Процесс протекает по следующей реакции:



Данный метод, по заключению референта Б.Павского, мало уступает по точности обычному пробирному, но является более быстрым и простым.

Проф. И.Н. ПЛАКСИН и М.А. КОЖУХОВА I¹ устанавливают, что наиболее точным и удобно применимым для определения золота в сплавах весовым анализом является гидразиновый метод. Проф. ПЛАКСИН считает предельное допустимое разбавление раствора при осаждении гидразином 0,017% золота.

Все эти весовые и объемные методы определения золота применимы, главным образом, для анализа сплавов богатых содержанием золота.

Между тем, в настоящее время приходится часто иметь дело с веществами, содержащими крайне малые количества золота, как например, при исследовании природных вод, животных и растительных организмов, хвостов после промывки золота, сточных вод ² иловых заводов и т.п.

В этих случаях обычно не представляется возможным получение поровня золота, достаточного для взвешивания его на пробирных весах. Метод Гольдшмидта — измерение диаметра во-

ролька под микроскопом также мало доступен. Не применимы весовые и объемные способы.

При таких обстоятельствах большую услугу могут оказать колориметрические методы, в которых аналитическая химия прибегает часто, особенно когда дело идет об определении малых количеств и таких веществ, которые способны давать характерно окрашенные растворы.

II. МЕТОДЫ КОЛОРИМЕТРИЧЕСКОГО ОПРЕДЕЛЕНИЯ ЗОЛОТА.

Качественные пробы на золото получением окраски известны с давних пор. Золотом в коллоидном состоянии окрашен "Кассиев пурпур", открытый Р. Глаубером в 1659 г. и описанный А. Кассием в 1685 г. Это вещество получается прибавлением хлористого олова к очень разбавленному раствору хлорного золота. Хлорное золото восстанавливается до металла в коллоидном состоянии. При этом в зависимости от величин мицелл, растворы золота окрашиваются в различные цвета: красный, синий, фиолетовый, черный.^I

Современная химия для обнаружения малых количеств золота пользуется перекистью водорода, мышьяковистым водородом, соляно-кислым гидразином и другими восстановителями.

Чтобы воспользоваться колориметрическим методом, в целях количественного определения золота мною в ГИНЗОЛОТО были проведены многочисленные опыты для установления наиболее благоприятных условий, которые давали бы возможность получить надежные результаты.

I) ПРИГОТОВЛЕНИЕ СТАНДАРТНОГО РАСТВОРА ХЛОРНОГО ЗОЛОТА.

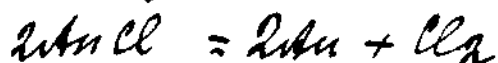
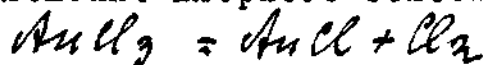
Для приготовления необходимого для работы стандартного

^I Проф. Б.Н.МЕНШУТКИН - Курс общей химии, 1933г. ст. 284.

раствора золота было получено химически чистое золото, по способу

Mose, Fulton's и Smith'a, а именно:

2,5 гр. мелкого эффинированного золота всыпается в фарфоровый тигель об,емом в 75 куб. см. и обрабатывается 10 см³ царской воды. Нагревание ведется на водяной бане до полного растворения золота, после чего раствор выпаривается досуха и осторожно нагревают тигель на голом пламени горелки, пока не произойдет полное разложение хлорного золота до металлического:



Для удаления главной части присутствующего серебра и меди сухой остаток в тигле обрабатывается 3-4 раза (при нагревании на водяной бане) 10-20 куб.см. аммиака [у.в. 0,925]. Осадок хорошо промывается деантацией горячей водой и для удаления палладия действуют при нагревании азотной кислотой. Золото промывают несколько раз деантацией и снова растворяют на водяной бане в смеси 5 куб.см. HNO_3 и 15 куб.см. HCl . Раствор выпаривают досуха, смачивают небольшим количеством соляной кислоты и, растворив в воде, переносят в стакан 500 куб.см. емкостью, с таким расчетом, чтобы на растворение и промывку употребить около 200 куб.см. воды. Раствору дают постоять в темном месте 3-4 дня для полного осаждения хлористого серебра, затем раствор осторожно сливают при помощи сифона в другой стакан.

Через чистую прозрачную жилицость пропускают струю сернистого ангидрида и осаждают золото. Осадку дают хорошо остояться [1-2 дня], сливают прозрачный раствор, нагревают осадок золота несколько минут с азотной кислотой и промывают хорошо деантацией. Осадок снова растворяют в царской воде, раствор переносят в фарфоровую чашку и удаляют азотную кислоту повторным

выпариванием с соляной кислотой до густого сиропа. Последний раз выпаривают почти досуха, смачивают возможно малым количеством соляной кислоты, растворяют приблизительно в 200-300 куб.см. воды, раствор переносится в колбу Эрленмейера и золото осаждается щавелево-кислым аммонием. Осадок высушивают и хорошо приаливают в фарфоровом тигле.

Из полученного таким образом химически чистого золота бралась навеска в 200 мгр. и растворялась в царской водке. После удаления азотной кислоты этот раствор разводился водой до одного литра. Из этого резервного раствора, по мере надобности, отмеривается 10 куб.см. [т.е. 2 мгр. метал. золота] и разводится водой до 100 куб.см. Таким образом, получается стандартный раствор, 1 куб.см. которого содержит 0,02 мгр. золота металлического.

2| ПОЛУЧЕНИЕ КОЛЛОИДНОГО ЗОЛОТА С ХЛОРИСТЫМ ОЛОВОМ.

Касснев золотой пурпур представляет собой коллоидное адсорбционное соединение золота и $\text{Sn}(\text{OH})_2$. Золото образуется при восстановлении AuCl_3 хлористым оловом, в виде отрицательно заряженного коллоида. Водный раствор хлористого олова расщеплен в слабой степени гидролитически по уравнению:

$\text{Sn}^{4+} + 2\text{Cl}^- + 2\text{H}^+ + 2\text{OH}^- \rightleftharpoons \text{Sn}(\text{OH})_2 + 2\text{H}^+ + 2\text{Cl}^-$ и содержит $\text{Sn}(\text{OH})_2$ в коллоидальном состоянии. Этот коллоид заряжен положительно и образует с противоположно заряженным золотом адсорбционное соединение. II

Окраска коллоидного- слабого раствора меняется в зависимости от условий опыта. Если реакцию вести в сильно подкисленном соляной кислотой растворе, то получаются окраски от слабо-розового до темно-пурпурового цвета. Когда же реакция протекает в

слабо-кислом растворе, то получаются цвета от розового до темно-фиолетового с синеватым оттенком.

Если возьмем в пробирку I куб. см. стандартного раствора, содержащего 0,02 мг. золота, прибавим 3 куб.см. соляной кислоты [1:1] и разбавим водой до 10 куб.см., а затем добавим 3-4 капли насыщенного раствора хлористого олова и хорошо встряхнем, то через 3-4 минуты появляется весьма слабо-розовое окрашивание, но еще видимое при рассматривании сверху, через весь слой жидкости. При содержании золота 0,03 мгр. через 3-4 мин. получается ясное розовое окрашивание. Вводя большее количество стандартного раствора золота и осаждая его, соблюдая те же условия, получим все более и более интенсивно окрашенные коллоидные растворы золота и при количестве золота в I мгр. образуется темно-пурпуровое окрашивание, дальнейшее же различие оттенков уже невозможно установить.

При определении золота в исследуемом растворе выделяют окрашенное коллоидное золото при помощи хлористого олова и сравнивают с окрасками, получаемыми от стандартного раствора золота. Однако, подобные растворы нестойки - золото быстро коагулируется, золь переходит в гель. Поэтому нужно каждый раз пользоваться свежими стандартными растворами.

Возможно по цветам, полученным от стандартных растворов золота произвести зарисовку и иметь шкалу на содержание золота от 0,02 мгр. до 1,0 мгр | шкалы №№ 1 и 2 |.

Еще лучше приготовить окрашенные растворы путем смешивания слабых растворов медного купороса и азотно-кислого кобальта. Такие растворы в закрытых пробирках сохраняются очень продолжительное время.

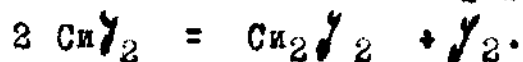
Более точные результаты получаются при пользовании раз-

ичными колориметрами.

3) ВЛИЯНИЕ ДРУГИХ КОМПОНЕНТОВ ПРИ ОПРЕДЕЛЕНИЯХ С ХЛОРИСТЫМ ОЛОВОМ И СТЕПЕНЬ ЧУВСТВИТЕЛЬНОСТИ С ДРУГИМИ ВОССТАНОВИ- ТЕЛЯМИ.

Овисные соли железа (FeCl_3) при прибавлении хлористого олова восстанавливаются и обесцвечиваются, поэтому определению золота не мешают.

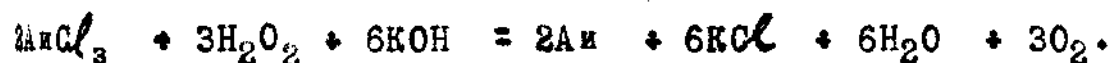
Медь при значительном содержании может мешать определению золота, но от нее легко освободится обработкой осадка азотной кислотой или иодным раствором. В последнем случае золото переходит в раствор, а мимолетно образующаяся иодная медь - CuI_2 переходит в иодистую медь - Cu_2I_2 нерастворимую в воде:



При присутствии теллура необходимо его предварительно удалить растворением в слабой азотной кислоте. Иод растворяет теллур с золотом, а затем, при прибавлении хлористого олова, тотчас же выделяется в виде черного осадка, который маскирует цветную реакцию золота.

Наличие ртути, даже в незначительном количестве, не дает возможности определить золото, от SnCl_2 происходит восстановление солей ртути до металла и получается черная муть, затемняющая окраску коллоидного золота.

Хорошие коллоидные растворы получаются путем восстановления золота из щелочного раствора соляно-кислым гидразином или переизбытком водорода:



Если в различным количествах стандартного раствора золота прилить 10% едкого калия до щелочной реакции и прибавить 3-4 капли соляно-кислого гидрозина или перекиси водорода, то, в зависимости от содержания золота, получаются различной интенсивности цвета - в первом случае от слабо сине-розового до темно-синего [таб. № 3], во втором - от слабо - розового до темно-красного. В этих случаях также можно определить минимальное количество золота - 0,02 мгр. в 10 куб.см. жидкости, так что по точности они не превосходят способа с хлористым оловом. Но они могут дать хорошие результаты только тогда, когда имеем дело с растворами, содержащими одно золото, в присутствии же других тяжелых металлов от щелочей осаждаются их гидрат окиси, адсорбирующие с собой и золото.

W. Falga дал колориметрический способ определения золота ортотолуидином. ¹⁾

При исследовании веществ с весьма малым содержанием в них золота и эти вышеприведенные реактивы являются недостаточно чувствительными в подобных случаях пришлось бы брать слишком много исходного материала, что сильно затрудняет все манипуляции, так например в природных водах содержание золота выражается в сотых долях мгр. на тонну, т.е. в количествах, которые являются предельными для обнаружения их в 10-12 куб.см. и для анализа пришлось бы брать целые тонны воды.

Поэтому необходимо было выяснить возможность применения в таких случаях органических препаратов, которыми обычно пользуются при капельном анализе.

Мною были испытаны бензилин и парадиметиламинобензилденроданин.

4] КОЛОРИМЕТРИЧЕСКОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ ЗОЛОТА БЕНЗИДИНОМ.

Органическое основание бензидин - $\text{NH}_2 - \text{C}_6\text{H}_4 - \text{C}_6\text{H}_4 - \text{NH}_2$ окисляется солью трехвалентного золота в уксусно-винном растворе в синее хиноидное окрашенное вещество, так называемую бензидиновую синь: $(\text{NH}_2 - \text{C}_6\text{H}_4 - \text{C}_6\text{H}_4 - \text{NH}_2) \cdot \text{AuCl}_2 = \text{C}_6\text{H}_5 = \text{C}_6\text{H}_4 = \text{NH}_2 / 2\text{HCl}$

Реактив готовится растворением бензидина в 10% уксусной кислоте, крепость 0,05%. Сам раствор бесцветен II

Опробование ведение тем же порядком, как и при SnCl_2 .

При помощи микробюретки отмеривается различное количество стандартного раствора золота в пробирку бесцветного стекла, прибавляется 3-5 капель бензидина и пробирку хорошо встряхивают, зажав пальцем отверстие. При содержании в растворе золота 0,02 мгр. получается быстро довольно сильное зеленое окрашивание. Интенсивность окраски постепенно ослабевает с уменьшением содержания золота. При количестве золота 0,003 мгр. еще возможно различить эту окраску [шкала № 4]. Присутствие сравнительно небольших количеств минеральных кислот препятствует образованию окрасящего вещества. Так при прибавлении к золотому раствору 6-7 куб. см. 1/10 соляной кислоты, незаметно ослабевание окраски, но раствор принимает не зеленый, а желтый цвет. При 10 куб. см. 1/10 соляной кислоты интенсивность окраски уменьшается и при большем содержании соляной кислоты раствор остается бесцветным.

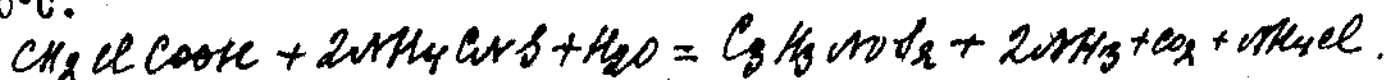
Также вредно действует избыток уксусной кислоты.

Мною было установлено, что бензидиновая реакция не может непосредственно применяться в присутствии других окислителей, ибо они в свою очередь вызывают окрашивание бензидина. Особенно нужно избегать хлористого серебра и хлористой меди.

5| КОЛОРИМЕТРИЧЕСКОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ ЗОЛОТА ПАРАДИМТИЛАМИНОБЕНЗИ-
ЛИДЕНРОДАНИНОМ.

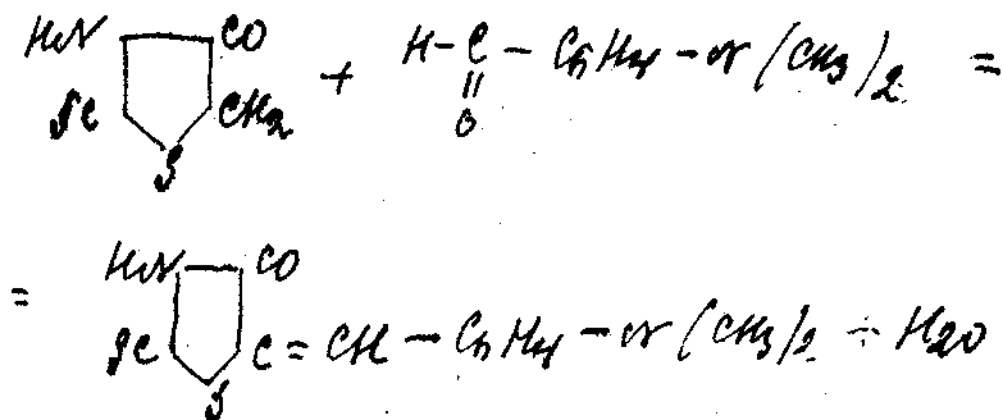
Готового препарата найти не удалось, пришлось его готовить из исходных материалов - монохлор уксусной кислоты и парадимтил аминобензальдегида. II

Для получения роданина растворялось 9,6 гр. монохлор- уксусной кислоты в 19,2 гр. воды и прибавлялось 22,8 гр. роданистого аммония | т.е. исходные продукты берутся в отношении 1- моля CH_3COOH и 3 моля NH_4SCN | и нагревалось в колбе до 70°C .



При охлаждении жидкости получается светло-желтая кристаллическая кашица, которая после 15-ти часов стояния отсасывается и перекристаллизовывается из горячей воды в присутствии 1 гр. животного угля.

5 гр. полученного роданина и 5,61 гр. парадимтиламино- бензальдегида | эквивалентные количества | растворяются в ледяной уксусной кислоте и нагреваются в течение одного часа с обратным холодильником. Получаются красные кристаллы парадимтиламинобензилиденроданина, которые перекристаллизовываются из кипящего спирта. Реакция идет по следующему уравнению:



Из полученного реактива была взята навеска 0,015 гр., которая растворялась в 50 куб.см. ацетона для получения 0,03% раствора парадиметиламинобензильденроданина.

От стандартного раствора золота при помощи микробюретки отмеривается различное его количество в пробирки бесцветного стекла, с таким расчетом, чтобы металлического золота заключалось от 0,001 мгр. до 0,04 мгр. Затем раствор в пробирках доводится дистиллированной водой до 10 куб.см., прибавляется в каждую пробирку по две капли крепкой азотной кислоты и все содержимое пробирки хорошо встряхивается. После этого добавляется 4-5 капель реактива и снова производят встряхивание. При содержании золота 0,02 гр. сразу же получается розовое окрашивание, постепенно усиливающееся и через 2-3 минуты раствор принимает постоянный красный цвет. При количестве золота 0,01 мгр. получается также сильное окрашивание, но заметно слабее, чем в первом случае. Раствор с содержанием золота 0,005 мгр. принимает ясный розовый цвет, а с -0,002 мгр. золота едва заметное окрашивание. При дальнейшем уменьшении содержания золота уже невозможно различить цвета, так как и при холостой пробе с одним чистым реактивом, при тех же условиях раствор делается желтым и маскирует слабо-розовую окраску [шкала № 5].

Азотная кислота прибавляется для уничтожения желтой окраски самого реактива, отчего цвета золотой соли выступают яснее.

6| ВЛИЯНИЕ ДРУГИХ КОМПОНЕНТОВ ПРИ АНАЛИЗАХ С ПАРАДИМИТИЛ- АМИНОВЕНЗИЛИДЕНРОДАНИНОМ.

По Файглу в кислом растворе парадиметиламинобензильден-

роданин, кроме золота, реагирует с солями серебра, ртути, закиси меди, платины и палладия, которые также замещают водород цианической имидной группы - $|NH|$.

Для выяснения влияния серебра и ртути мною были приготовлены растворы $AgNO_3$ и $HgCl_2$ с таким расчетом, чтобы в 1 литре содержалось 100 mgr. металла. Опробование производилось тем же порядком, как и с золотом. В результате получилось, что действительно серебро и ртуть дают с парадиметиламинобензилиденроданином соединения, окрашенные в красный цвет, но при соответствующих количествах, окраски по сравнению с золотом, получаются слабее, а именно: при 0,005 mgr. золота получается раствор ясно розового цвета, у серебра же при этом же количестве раствора едва заметно окрашен, а ртуть в количестве 0,005 mgr. совершенно не дает окрашенных растворов.

При больших количествах серебра и ртути влияние их явное, поэтому они должны быть предварительно удалены. Отделить их от золота возможно обработкой осадка азотной кислотой, не содержащей соляной кислоты, или лучше ртутные соединения удалять прокаливанием, а на остаток действовать водным раствором. При этом все золото переходит в раствор, а серебро остается в осадке.

Проверки на Si^{++} и Si^+ показали, что Si^{++} с парадиметиламинобензилиденроданином не дает окрашенных соединений, Si^+ очень слабые и не характерные, при этом соли закиси меди легко могут быть переведены в окисные соединения.

Платина также дает с этим реактивом цветные соединения но почти в десять раз слабее окрашенные в сравнении с золотом. При содержании 0,02 mgr. платины получается окраска одинаковая с 0,002 mgr. золота. Учитывая, что платина, если и встречается вместе с золотом, то в незначительных количествах, поэтому су-

щественного влияния на определение золота оказывать не будет.

Палладий часто находится в сульфидных рудах [по данным Минералогического Сектора ГИНЗОЛОТО]. Это обстоятельство нужно учитывать и при наличии его обрабатывать осадки азотной кислотой.

7| В Ы В О Д Ы :

1. Колориметрическими методами вполне можно пользоваться для определения количества золота в растворе, при соблюдении известных условий.

2. Применение хлористого олова, в качестве восстановителя, возможно при содержании золота в 10 куб.см. раствора в пределах от 0,02 мгр. до 1,0 мгр. Реактив типичен для золота и кислотная среда HCl не препятствует получению хороших результатов.

3. Бензидин и парадиметиламинобензилиденроданин являются наиболее чувствительными реагентами на золото и ими можно пользоваться, когда в 10 куб. раствора находится золота от 0,003 мгр. до 0,02 мгр.

Реакции протекают только в очень слабо-кислых растворах и нельзя опускать из вида влияние других компонентов, которые должны отсутствовать.

III| ОБЛАСТИ ПРАКТИЧЕСКОГО ПРИМЕНЕНИЯ МЕТОДОВ КОЛОРИМЕТРИЧЕСКОГО ОПРЕДЕЛЕНИЯ ЗОЛОТА.

Обычно золото считается довольно редким металлом, встречающимся только в немногих местах в сопровождении определенных горных пород. Исследования последнего времени в корне изменяют

этот взгляд оказывается, золото настолько широко распространено в природе, что нет горной породы, нет воды, живого организма, которые не содержали бы золота, но почти всегда в столь незначительных количествах, что извлечение его делается экономически невыгодным.

Так, по определению немецкого ученого Ф.Габера, относящимся к 1926 г., в одной тонне морской воды в среднем содержится 0,01 mgr. золота, меньше в морях тропических, больше в полярных, в последних содержание золота доходит до 0,05 mgr., а еще выше в полярных льдах - 0,07 mgr. В горных породах золота значительно больше. По данным того же Габера, в тонне известняков - 7 mgr. и песков 30 mgr.

Насколько эти количества золота далеки от промышленного содержания, можно судить по тому факту, что при современном вооружении техники золотодобычи при самых благоприятных условиях, дражным способом бывает выгодно извлекать золото из россыпей, если на тонну песков приходится не менее 100 mgr. золота.

По исследованиям немецкого врача Рагнера Берга II в состав тканей животных и растительных организмов входит относительно значительное количество золота. Так содержание золота в человеческой крови составляет 0,3 mgr. на килограмм. Больше золота в коре человеческого мозга, именно 14 mgr. на килограмм. С испражнением человек выделяет в сутки 1 mgr. золота. Бычья печенья содержит 0,2 mgr. золота на килограмм.

Профессора Ириутского Медицинского Института склонны считать, что в Забайкалье известная уресская болезнь обязана своим распространением нахождением в питьевой воде этих мест сравнительно больших количеств золота.

Присутствие золота также доказано в растительном мире, так оно найдено в наружной оболочке злаков, в виноградном сое, в орехах и т.д. Мне лично в 1934 г. пришлось определять золото в деревьях, прорастающих на старых приисковых отвалах и было обнаружено наличие золота в количестве - 0,01- 0,02 мг. в 2-7 кг. дерева.

Так что области, в которых могут найти применение волониметрические методы определения золота, довольно обширны.

I | ОПРЕДЕЛЕНИЕ ЗОЛОТА В РУДАХ В ПОЛЕВЫХ УСЛОВИЯХ И
В ХВОСТАХ ПОСЛЕ ПРОМЫСЛИ ЗОЛОТОСОДЕРЖАЩИХ ПРИСКОБ.

Здесь важнейшим моментом является отделение золота от сопровождающей горной породы, методом перевода его в раствор. Применить царскую водку, в данном случае, нельзя, так как этот слишком сильный реагент, который вместе с золотом растворит целый ряд других компонентов и при последующем выпаривании и доведении раствора до 10 куб.см. они будут выпадать, адсорбируя золото.

Latimer обрабатывает бедные золотом кварцевые руды или вполне обожженные колчеданистые руды хлором не содержащим соляной кислоты.

Cotton II предлагает извлекать золото из руд одновременно действием ртути и цианистого калия, при чем растворившееся в цианистом калии цианистое золото, по мере образования, тотчас же снова разлагается ртутью и все золото минерала содержится в конце концов в ртути.

По Тредвеллу руду обжигают на воздухе до полного сгорания серы, обливают затем бромной водой и оставляют на 12

II *Glassen, Ausgewählte Methoden* I-246.

часов в темноте. По истечении этого времени раствор содержит все золото в виде бромного золота.

M. De-luce I¹ извлекает золото из руды при помощи иодного раствора.

При всех этих методах в конечном результате получается корольек золота, который взвешивается на пробирных весах или измеряется диам. королька под микроскопом. Это, конечно, не выполнимо в полевой обстановке и поэтому целесообразнее определение золота вести колориметрически.

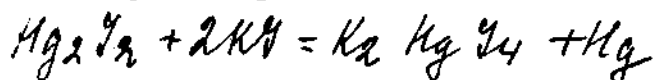
Наиболее простым способом извлечения золота из руд нужно считать метод *M. De-luce*, который и был мною опробован на многочисленных рудах. Суть его в следующем:

Иодный раствор готовится растворением 2 гр. иода и 4 гр. иодистого калия в 100 куб.см. воды. Для извлечения золота берется иодного раствора приблизительно в полтора раза больше навески руды. Тонко измельченная руда, в количестве, например, 10 гр. осторожно сыпается в фарфоровую ступку и туда же приливается 15 куб.см. иодного раствора и смесь тщательно перетирается пестиком в течение нескольких минут, после некоторого стояния пробу снова перетирают.

Для полного извлечения золота, как показали опыты, нужно не менее 6-ти часов, а более упорные руды лучше оставлять в иодном растворе до следующего дня, прикрыв ступку часовым стеклом. Если окажется, что при стоянии раствор обесцвечивается от присутствия в руде восстановителей, то необходимо добавить иодного раствора. Нужно следить, чтобы раствор всегда был окрашен в желтый цвет от избытка иода. При этом золото постепенно переходит в раствор, в виде иодистого золота.

I¹ Журнал "Золото и платина", 1930г., апрель месяц.

Иодный раствор золота отфильтровывают в слянку на 250 куб.см. с хорошо притертой пробой и промывают осадок на фильтре холодной водой. К раствору в слянке прибавляется 3 гр. металлической ртути, слянка плотно закрывается притертой пробой и все содержимое взбалтывается до полного обесцвечивания раствора, при этом Au^{III} разлагается: $2 \text{Au}^{\text{III}} + 2 \text{Hg} = 2 \text{Au} + \text{Hg}_2^{\text{II}}$ и освободившееся золото соединяется с избытком ртути, образуя амальгаму. Иногда случается, что при избытке иода в растворе, при взбалтывании со ртутью получается много иодистой ртути Hg_2^{II} в виде зеленого осадка, мешающего отделению раствора от амальгамы. Тогда следует добавить немного свежего раствора иодистого калия для перевода этого осадка в раствор:



В результате получается комплексное растворимое соединение ртутно-иодистого калия.

Прозрачную жидкость сливают с тяжелой ртутью, промывают амальгаму несколько раз декантацией холодной водой и переносят всю ртуть в фарфоровый тигель. К амальгаме в тигель приливают 10 куб.см. азотной кислоты | 1:1 | абсолютно свободной от соляной кислоты и тигель осторожно нагревают на песчаной бане до полного растворения ртути. В остатке получается золото в виде губчатого комочка, по размерам которого уже можно, приблизительно, судить о количестве золота. Если даже в золоте пристало немного руды, то это дальнейшему определению золота не вредит. Фарфоровый тигель с комочком золота осторожно прокаливается до полного удаления ртути, что очень важно, так как присутствие следов ртути уже мешает колориметрическому определению золота. После охлаждения тигля приливают в

него 2-3 куб.см. царской водки и нагревают на водяной бане до растворения всего золота. Повторным выпариванием с соляной кислотой удаляется азотная кислота и раствор готов для колориметрического определения золота с хлористым оловом. Если золота в тигле остается очень мало и является необходимость его определить бензидином или пара-дихлорбензилиденроданином, то после удаления азотной кислоты, раствор в тигле выпаривается ^{кислотой} раз с водой. Но так как при этом часть золота может восстановиться - необходимо под конец добавить в тигель немного

прокипятить для удаления хлора и после этого

1. опробования иодным раствором различных руд, геолого-разведочных партий, приводим в следую-

Таблица № I

№№ п/п.	№№ лабор.	Наимено- вание месторож- дения.	Характер руды	Количество зр- лота в гр/т.		Разн. в оп- ред.
				Сухое опроб.	Иодной пробы	
1.	I386	Дмитр.	Глин. кварц. - 84% пирита - 8%	6,4	следы	-6,4
2.	I387	"	Глин. кварц - 85% пирита - 10%	12,0	0	-12,0
3.	I389	"	Гл. кварц - 70% пирита - 30%	58,4	0	-58,4
4.	I390	"	Кварца - 60% пирита - 5%	24,9	1,5	-23,4
5.	I391	"	Кварца - 50% кварцита - 38% пирита - 2%	24,7	2,0	-22,7
6.	I392	"	Гл. кварца - 90% кварцита - 5% пирита - 3%	29,3	следы	-29,3

1393	Дмитр.	Гл. кварца - 94% пирита - 1%	26,5	2,5	-24,6
1394	"	Гл. кварца - 78%, пирита - 20%	9,1	3,0	- 6,1
1396	"	Гл. кварца - 94%, пирита - 1%	17,0	1,0	-16,0
1398	"	Пирок. извест- ная - 80%, пирита - 1%	3,0	0,5	- 2,5
1399	"	Пирок. известная 80%, глини. кварца- 10%, кварц-10%...	2,1	3,0	+ 0,9
1400	"	Кальцита - 20% глини. кварца- 30% кварца - 5%	3,7	4,0	+ 0,3
1401	"	Кварц, окращен. окис. железа и сульфиды	15,5	1,5	-14,0
1402	"	Кварц окрист. пирита - 2%	2,7	0,7	-2
1403	"	Гл. кварца - 94%, кварц- 3%, пирита - 1%	6,5	3,0	-3,5
1404	"	Хлорит. сланец-93%, кварца- 1%, каль- цита - 3%	4,8	5,0	+ 0,2
2769	"	Кварц. рогооб. окис. Fe, пирит	3,0	2,0	-1,0
2749	"	Т о ж е	10,8	2,5	-8,3
2779	"	Т о ж е	26,6	25,0	-1,1
2745	"	Кварца - 60, окисл. Fe -25%, рогооб. - 5% пирита - 10%	4,6	4,0	-0,6
2748	"	Рогооб. пирит, ар- сенонир. кварц, окись железа	8,5	1,5	-7,0
2773	"	Рогооб., кварц, окись Fe, пирит	3,3	4,0	+ 0,7
2776	"	Т о ж е	2,1	2,5	+ 0,4
2772	"	Рогооб. кварц, окись железа, пирит	20,4	20,0	-0,4

2684	Могоч.	Рогооб.-40%, кварца-28%, пирита 28%, арсенопир. 2%, <i>FeO₃- 2%</i>	7,2	5,0	- 2,2
2593	Абазан.	Кварца 94%, окись железа	90,6	100,0	+ 9,4
2598	"	Кварц охристый	130,0	130,0	0,0
2599	"	Кварц, свинц. блеск, магнетит.	130,9	131,0	+ 0,1
2592	"	Кварц охристый	}	Ввиду большого расхода иода, обработыв. H_2O_2 .	
2597	"	Кварц охристый			
1973	Ридлер. р. Сокол.	Кварца - 87,7%, халь- копирита - 0,69%	32,5	40,0	+ 7,5
-	Степная	-	0,6	0,8	+ 0,2
2657	Сарал. эфеля	Кварца 83,9%, пирита 0,89%	4,6	5,0	+ 0,4
2658	Тоже	Кремнезема -57%, халькопирит-0,95% <i>As - нет</i>	14,5	15,0	+ 0,5
2735	Алдан	Кремнезема - 96%	169,0	169,0	0,0
2736	"	Кварцевая руда	105,0	105,0	0,0
2822	Алтайск.	Кварц охристый	108	108,0	0,0
2823	"	Жилы. кварц, окис- лы <i>Fe и Cu</i> .	134,9	130,0	-4,9
2828	"	К в а р ц	5,0	5,0	0,0
3519	Джалин.	Мышьяк -1,75%	0,8	1,0	+ 0,2
3120	"	Мышьяк - 5,10%	10,0	15,0	+ 5,0
2959	Казаков.	Кварц, оливин, биотит, авгит.	1,7	2,0	+ 0,3
2971	"	Разруш. гор. пор. кварц, биотит	4,5	4,0	-0,5
809	"	Кварц-30%, пироксена 30%, арсенопирита- 30%, рогооб.-10%	4,6	2,0	-2,6
808	"	Кварца-50%, рогооб.- 20%, арсенопирита- 2,5%, халькопирита 3,5%	55,3	60,0	+ 4,7

62.	2948	Казанов.	Кварц, окись <i>Fe</i> , арсенопирит	14,7	15,0	+ 0,3
63.	2966	"	Разр. горн. пор., хальцедон, биотит	13,2	15,0	+ 1,8
64.	2926	"	Кварц, окись желе- за, арсенопирит	10,0	0,0	-10,0
65.	2916	"	Рудн. гор. пор., свинц. блеск, окись железа . .	14,7	0,0	-14,7

Из этих многочисленных опробований видно, что извлечение золота из руд одним раствором зависит от характера руды:

а| Кварцевые и окристые руды легко и полностью отдают все золото;

б| Если золото связано с пиритами или арсенопиритами, то оно извлекается в незначительных количествах или вовсе не извлекается.

Руды с порядковыми №№ 19, 20, 24-28, 34-40, 56, 57, 61 и 62 хотя и сульфидные, но золото из них извлекается полностью. Это указывает на то, что в данных рудах золото не связано с сульфидами, а находится в других частях породы в свободном виде.

Обжигание упорных руд с целью разрушения сульфидов и затем опробование их иодом не приводило к положительным результатам.

Лучшие результаты получаются, если предварительно обрабатывать такие руды крепкой азотной кислотой. Навеска руды в 10 гр. сыпается в колническую колбу и добавляется постепенно 30-40 куб. см. азотной кислоты [у.в. 1,4] и колба нагревается на печаной бане. После превращения выделения бурных паров окислов азота, добавляют еще немного азотной кислоты. Если пары не появляются более, то приливают горячей воды и нагревают до кипения. Осадок переносится на фильтр и промывается горячей водой до полного удаления кислоты. Промытый осадок с фильтром высушивается, порода

с фильтра тщательно собирается в фарфоровую ступку и производится вышеприведенная обработка иодным раствором.

В некоторых случаях не помогала даже и азотная кислота, тогда, после действия азотной кислоты, прибавляется 20-30 куб.см. концентрированной серной кислоты и продолжают нагревать до появления белых паров серного ангидрида. Содержимое осторожно разбавляется водой, нагревается до кипения, осадок отфильтровывается, прожигается и т.д.

Привожу результаты такой дополнительной обработки руд, из которых не удавалось извлечь золото прямым действием иодного раствора [см. табл. № 1].

Т а б л и ц а № 2

№ п.	№ лаборат.	Назван. месторождения	Способ предварительной обработки.	Содержание		Разница в опред.	Извл. иодной пробой до обр. HNO_3
				Аи в гр	тн.		
				Сухой пробой	Иодн. приб.		
1.	I386	Дмитр.	HNO_3	6,4	4,0	-2,4	следы
3.	I389	"	HNO_3	58,4	40,0	-18,4	0,0
5.	I391	"	HNO_3	24,7	8,0	-16,7	2,0
5.	I391	"	$\text{HNO}_3 + \text{H}_2\text{SO}_4$	24,7	15,0	- 9,7	2,0
6.	I392	"	HNO_3	29,3	5,0	-24,3	Следы
3.	I392	"	$\text{HNO}_3 + \text{H}_2\text{SO}_4$	29,3	10,0	-19,3	"
7.	I393	"	HNO_3	26,5	10,0	-16,5	2,5
7.	I393	"	$\text{HNO}_3 + \text{H}_2\text{SO}_4$	26,5	10,0	-16,5	2,5
8.	I394	"	HNO_3	9,1	9,0	- 0,1	3,0
9.	I396	"	HNO_3	17,0	10,0	- 7,0	1,0
9.	I396	"	$\text{HNO}_3 + \text{H}_2\text{SO}_4$	17,0	10,0	- 7,0	1,0
10.	I398	"	HNO_3	3,0	2,5	- 0,5	0,5
14.	I402	"	HNO_3	2,7	3,0	+ 0,3	0,7
18.	2749	"	HNO_3	10,8	10,0	- 0,8	2,5

27.	2817	Дмитриев.	<i>нмдз</i>	7,8	8,0	+ 0,2	0,0
29.	2819	"	"	18,0	15,0	- 3,0	0,0
30.	2820	"	"	8,7	9,0	+ 0,3	0,0
40.	2693	Могочин.	"	20,5	20,0	- 0,5	5,0
45.	2592	Абакан.	"	28,0	30,0	+ 2,0	} Треб. много у.
46.	2597	"	"	6,3	8,0	+ 1,7	
64.	2926	Казанов.	"	10,0	15,0	+ 5,0	0,0
65.	2916	"	"	14,7	15,0	- 10,3	0,0

Таким образом очевидно, что в большинстве случаев после обработки упорных сульфидных руд азотной кислотой, иодный раствор извлекает золото почти полностью.

В Ы В О Д Ы:

1. В рудах кварцевых, глинистых, известковых, окристых и некоторых сульфидных возможно содержание золота определять непосредственным действием иодного раствора.

2. Упорные руды, где золото связано с сульфидами, необходимо предварительно обработать руду крепкой азотной кислотой, а затем уже вести опробование иодом.

3. Так как руды со слишком малым содержанием золота не имеют практического значения, то колориметрическое определение золота в данном случае лучше всего проводить при помощи хлористого олова.

4. При полевых разведках с успехом можно пользоваться иодной пробой для определения золота в рудах.

Оборудование лаборатории не требует сложной аппаратуры и самое опробование может произвести любой геолог-разведчик.

Для походной лаборатории потребуется:

а) Посуды и приборов.

1. Фарфоровые ступки с пестиком диам. 10 см.	5 шт.
2. Конические колбы на 300 куб.см.	10 "
3. Воронки стекл.диам. 5 см.	3 "
4. Цилиндры мерные на 100 куб.см.	1 "
5. Связан с притер. пробной на 300 в.с.	5 "
6. Пробирка дл. 12 см., диам. - 12 мм.	20 "
7. Фарфоровые тигли, диам. 3 см.	5 "
8. Фарфоровые чаши диам. 8 см.	3 "
9. Спиртовые горелки	2 "
10. Горелка Бартеля	1 "
11. Весы аптекарские на 50 гр.	1 "
12. Часовых стекол диам. 12 см.	5 "

б) Реактивы и материалы.

1. Олова метал.	50 гр.
2. Р т у т и	2 вгр.
3. Иод кристаллический	1/2 "
4. Иодистого калия	1 вгр.
5. Азотной кислоты хим. у.в. 1,4	4 литра
6. Соляной кислоты у.в. 1,19	2 "
7. Ваты стеклянной	100 гр.
8. Фильтров.бумаги	50 лист.
9. Сито для пригот. проб руды	1 шт.

Такого оборудования хвати разведочной партии на всю летнюю операцию. Одновременно возможно вести опробование 5-ти проб. Процесс опробования занимает несколько часов.

При исследовательских работах Россыпного Сектора ГИН-

ЗОЛОТО для контроля сноса золота требовалось определение очень малых количеств золота в хвостах. Пробирная лаборатория в этих случаях указывала на следы или отсутствие в хвостах золота, что не удовлетворяло россыпщиков. Были мною проведены анализы при помощи парадиметиламинобензилдиэтилендиамина и иодного раствора.

Т а б л и ц а № 3

№ п/п.	Наименование проб.	Величина навески	Количество золота в гр т.	
			Сухое опробование	Колоримет. п. тем
1.	Хвосты № 36 - АП-3	10 гр.	1,2	1,0
2.	Хвосты ИБП-3	10 гр.	следы	0,1
3.	Хвосты 9БП - 3	40 гр.	"	0,0
4.	Хвосты 12БП-3	40 гр.	"	0,08

Здесь проявляется все преимущество колориметрического метода, дающего возможность устанавливать содержание золота в десятых и сотых долях гр|тн.

2| ОПРЕДЕЛЕНИЕ ЗОЛОТА В ПРИРОДНОЙ ВОДЕ.

Конечной целью создания метода определения золота в воде являлось опробование в этом направлении природных вод [шахт, разрезов, речей, ключей и т.п.]. Учитывая, что работу придется проводить в условиях полевой обстановки, исключающей возможность пользоваться сложной аппаратурой, проведения сложных манипуляций, нужно было, чтобы в конечном результате, метод был прост и доступен.

Малое содержание золота в природной воде с одной сто-

роны и с другой - неизвестность в каком состоянии золото там находится - в виде -ли коллоида или раствора иодистого и хлористого золота, или в форме какой либо другой растворимой соли золота, возможно и органической |точно не выявлено влияние гуминовых кислот| привело к выводу, что в основном метод определения золота в воде должен состоять из двух этапов.

1. Из выделения золота из раствора при помощи какого-то сильного адсорбирующего вещества, активно действующего, независимо от того, в каком состоянии золото находится в воде.

2. Определение золота в адсорбере колориметрическим путем.

В качестве адсорберов мною применялись следующие вещества: металлическая ртуть, металлическая ртуть с цинком, хлорное железо, сулема, цинковая пыль, сплав цинка со свинцом и древесный уголь.

После выделения золота из раствора давалось время адсорберу осесть и прозрачный раствор сливался сифоном, или при помощи тубулуса у дна сосуда. Осадок собирался на бумажный фильтр, высушивался и вместе с фильтром проваливался. Проваленный остаток в зависимости от его характера, или обрабатывался чистой азотной кислотой | 1:1 |, не содержащей соляной кислоты; раствор сливался, а нерастворимый остаток промывался водой деионизацией и растворялся в царской водке; или проваленный осадок прямо растворялся в царской водке.

Раствор в царской водке, в том и другом случае, несколько раз выпаривался с соляной кислотой для удаления азотной кислоты. Соляно-кислый раствор сливался в пробирку, разбавлялся водой до 10 куб.см. и золото определялось коло-

симметрически с хлористым оловом. При применении бензилина и парадиметиламинобензилиденроданина удаляется избыток соляной кислоты.

а) ВЫДЕЛЕНИЕ ЗОЛОТА ИЗ РАСТВОРА ПРИ ПОМОЩИ МЕТАЛЛИЧЕСКОЙ РТУТИ.

Как известно, ртуть является хорошим растворителем металлического золота и при агитации должно полностью уловить все свободное золото. Из раствора иодистого золота (AuI_3) ртуть довольно быстро восстанавливает и далее растворяет восстановленное золото, подобным же образом ртуть действует и на хлорное золото ($AuCl_3$). Из цианистых соединений ртуть также выделяет, а затем и растворяет золото. На этом основано определение золота в рудах по способу *Cotton'a*.

По этому методу в раствор хлорного золота прибавлялось 1-2 гр. ртути и агитировалось в течение нескольких минут. Прозрачный раствор сливался, а оставшаяся ртуть растворялась в азотной кислоте (1:1), остаток проваливался до полного удаления ртути и растворялся в царской водке. После удаления азотной кислоты выпариванием с соляной кислотой, раствор опробовался на золото при помощи хлористого олова.

Таблица № 4.

№№ п/п.	Характеристика опыта.	Колич. раств.	Введ. золота метал. в мгр.	Извл. золота та в мгр.	% из- вле- чения
1.	5 см. ³ $AuCl_3$, 5 см. ³ H_2O + 1 гр. Hg , агит. 2 мин.	10 см. ³	0,1	0,05	50%
2.	5 см. ³ $AuCl_3$, 5 см. ³ H_2O , + 1 гр. Hg , агит. 3 мин.	10 см. ³	0,1	0,07	70%

3.	5 см ³ <i>AsCl₃</i> + 5 см ³ <i>H₂O</i> <i>Hg</i> - 1 гр. агит. 5 мин.	10 см ³	0,1	0,1	100%
4.	5 см ³ <i>AsCl₃</i> + 1 литр <i>H₂O</i> + 1 гр. <i>Hg</i> агит. 5 мин.	1 лит.	0,1	следы	0%
5.	5 см ³ <i>AsCl₃</i> + 1 литр <i>H₂O</i> + 2 гр. <i>Hg</i> , агит. 5 м.	1 "	0,1	"	0%
6.	5 см ³ <i>AsCl₃</i> + 1 литр <i>H₂O</i> + 10 гр. <i>Hg</i> + 1/2 гр. <i>Zn</i> и на 10 см ³ , агит. 5 м.	1 лит.	0,1	0,02	20%
7.	То же, агит. 10 минут	1 лит.	0,1	0,03	30%
8.	5 см ³ <i>AsCl₃</i> + 1 литр <i>H₂O</i> + 10 гр. <i>Hg</i> + 1/2 гр. <i>Zn</i> + 35 см ³ <i>HCl</i> , агит. 10 м.	1 лит.	0,1	0,02	20%
9.	5 см ³ <i>AsCl₃</i> + 5 см ³ <i>H₂O</i> + 1 гр. <i>Hg</i> + 1/2 гр. <i>Zn</i> + 5 см ³ <i>HCl</i> , агит. 5 м.	10 см ³	0,1	0,07	70%

Эти опыты показали, что при малом количестве жидкости [5 см³] и сравнительно продолжительной агитации [5 мин.] золота извлекается 70-100%. Если брать раствора в количестве одного литра, то % извлечения падает до 0%.

Увеличение количества ртути и прибавление цинковой пыли способствует улавливанию золота, но в недостаточной степени [20-30%].

Такое явление объясняем тем, что в больших объемах проведение агитации затруднительно - ртуть при встряхивании плохо разбивается и вследствие большого удельного веса быстро оседает.

Тогда у меня явилась мысль вводить ртуть в виде раствора сулемы, а затем производить восстановление до металлической ртути при помощи *AsCl₃*.

б) ВЫДЕЛЕНИЕ ЗОЛОТА ИЗ РАСТВОРА ПРИ ПОМОЩИ ВОССТАНОВЛЕННОЙ РТУТИ ИЗ СУЛЕМЫ.

В один литр воды прибавлялось 5 куб.см. стандартного раство-

ра хлорного золота $10,1$ мгр. метал. Au и 5 куб. см. сулемы с содержанием $0,25$ гр HgCl_2 , тщательно растворы перемешивались и добавлялось 6 куб.см. насыщенного раствора хлористого олова. Из сулемы быстро восстанавливалась метал. ртуть, но часотью в мелком виде, что не оседала даже и после долгого стояния. Отфильтровать ртуть также не удалось, так как она проходила через фильтр. Опыты пришлось прекратить.

В это время был получен американский журнал - *Bulletin of the Chemical of Japan* 1927 года № 2, где помещена статья Матаиwa Яссуда "Определение золота и серебра в морской воде" по методу, близкому к нами проводимому. Привожу его описание: "Золото и серебро определялось в морской воде по измененному методу Шейблера - 2 литра морской воды наливается в $2\frac{1}{2}$ литровую делительную воронку, добавляют $4-5$ гр. магния в порошке или стружке. Затем добавляют 20 куб.см. раствора $0,05$ моляр HgCl_2 и $40-50$ куб.см. крепкой соляной кислоты. Выделяющийся водород восстанавливает сулемы до белой каломели $[\text{Hg}_2\text{Cl}_2]$ и металлической ртути, которая улавливает все золото и серебро в виде амальгамы. Последняя фильтруется и промывается водой, фильтр высушивается и превращается в золу, остаток нагревается в тигельна с чистым свинцом и 2 гр. PbO с целью освобождения от остатка углерода и образовавшийся свинцовый шарик купелируется на востяной золе; полученный корольев анализируется обычным образом. Благородные металлы определяются в морских водах в соседстве с Японией".

В этом описании поражают малое количество воды $[2 \text{ литра}]$, в котором определяется золото взвешиванием корольева на пробирных весах. Если допустить, что в 2 -х литрах воды содержится то минимальное количество золота, которое можно взвесить на про-

бирных весах, равное 0,01 мгр., то в тонне воды должно быть не менее 5 мгр. золота, — это количество в значительной степени превышает данные Ф.Габера.

Самый метод оказался довольно хорошим. Восстановленные из сулемы кадмемель и ртуть через 8 часов стояния осаждаются на дно сосуда, жидкость просветляется и большую часть раствора можно слить сифоном, а остаток легко отфильтровать.

В дальнейшем определение золота ведется, как и в первом случае. Результаты исследования приводятся в таблице № 5.

Таблица № 5.

№ п/п	Характер опытов.	Колич. раств.	Введе-но ме-тал. Аи в мгр.	Извлеч. золота в мгр.	% извле-чения
1	6 см ³ <i>AsCl₃</i> + 1 литр <i>H₂O</i> + 20 см ³ <i>HgCl₂</i> (0,05 мол) + 20 см ³ <i>HCl</i> + 2 гр. метал. <i>As</i> .	1 л.	0,1	0,07	70%
2	5 см ³ <i>AsCl₃</i> + 1 литр <i>H₂O</i> + 40 см ³ <i>HgCl₂</i> + 50 см ³ <i>HCl</i> + 3 гр. метал. <i>As</i> .	1	0,1	0,1	100%
3	Тоже, но вместо <i>As</i> взять 3 гр. <i>As</i> .	1	0,1	0,1	100%
4	2,5 см ³ <i>AsCl₃</i> + 1 литр воды + 40 см ³ <i>HgCl₂</i> + 50 см ³ <i>HCl</i> + 3 гр. метал. <i>As</i> .	1	0,05	0,05	100%
5	2,5 см ³ <i>AsCl₃</i> + 5 литр <i>H₂O</i> + 40 см ³ <i>HgCl₂</i> + 100 см ³ <i>HCl</i> + 3 гр. метал. <i>As</i> .	5	0,05	0,05	100%
6.	2,5 см ³ <i>AsCl₃</i> + 10 литр <i>H₂O</i> + 40 см ³ <i>HgCl₂</i> + 200 см. <i>HCl</i> (1,19) + 3 гр. метал. <i>As</i> .	10	0,05	0,05	100%
7	1 см ³ <i>AsCl₃</i> + 10 л <i>H₂O</i> + 40 см ³ <i>HgCl₂</i> + 200 см ³ <i>HCl</i> + 3 гр. метал. <i>As</i> .	10	0,02	0,02	100%
8	1 литр <i>H₂O</i> + 50 см ³ <i>HCl</i> (1,19) + 40 см ³ <i>HgCl₂</i> + 3 гр. метал. <i>As</i> холостая проба.	1	0,0	0,0	-

За отсутствием достаточного количества метал. магния он был заменен алюминиевой стружкой и результаты получились вполне удовлетворительные. Метод этот очень прост, дает 100% извлечение золота, независимо от разбавления. Можно его применять при сравнительно большом содержании золота, когда воды берется не больше 10-ти литров, в противном случае он не доступен, так как требует расхода значительного количества соляной кислоты и магния или алюминия.

в| СВЯЗЫВАНИЕ ЗОЛОТА ПРИ ПОМОЩИ ГИДРАТА ОКИСИ ЖЕЛЕЗА.

При определении в сплавах малых количеств сурьмы, олова, мышьяка и т.п. в аналитической химии иногда прибегают к методам связывания их при помощи осаждаемых гидратов окиси железа или марганца.

По аналогии мною было проведено несколько опытов поглощения золота из растворов при помощи гидрат окиси железа, осаждаемого из хлорного железа аммиаком. Осадок $\text{Fe}(\text{OH})_3$ отфильтровывался, растворялся в царской водке и золото определялось колориметрическим путем с хлористым оловом. Результаты приведены в таблице № 6.

Таблица № 6.

№ п/п	Характер опыта	Колич. раствора	Введено золота в мгр.	Извлеч. золота в мгр.	% извлеч.
1.	5 см ³ AuCl_3 + 100 см ³ H_2O + 5 см ³ FeCl_3 (1,5%)	105 см ³	0,1	0,07	70%
2.	5 см ³ AuCl_3 + 1 лит H_2O + 5 см ³ FeCl_3 (1,5%)	1 лит.	0,1	0,1	100%
3.	Т о ж е	1 "	0,1	0,1	100%
4.	То же, но воды 2 лит.	2 "	0,1	0,8	80%
5.	2,5 см ³ AuCl_3 + 2 лит H_2O + 5 см ³ FeCl_3 (1,5%)	2 "	0,05	0,05	100%

При небольшом содержании золота в растворе его можно осадить вместе с $Fe(OH)_3$, но для полного выделения $Fe(OH)_3$ необходимо раствор кипятить, а затем отфильтровывать осадок, что неприемлемо в полевой обстановке.

Ф. ГАБЕР в своих исследованиях пользовался для извлечения золота сернистым свинцом, с тем, чтобы потом получить верблей и после купелирования его получил королев золота, т.е. методом не применимым в наших условиях.

г| ОПРЕДЕЛЕНИЕ ЗОЛОТА В ВОДЕ ПО СПОСОБУ ФРИДРИХА.

В руководстве Ф.ТРЕДВЕЛЛА - качественный анализ 1933г. приводится способ определения золота в морской воде по Фридриху (K. Friedrich, Metallurg. 627) следующим образом: в большому количеству воды подкисленному соляной кислотой, прибавляют цинк, содержащий 1% свинца. После растворения цинка золото остается в нерастворимой губчатой массе свинца. Золото выделяют путем купелирования.

Результаты моих проверочных опытов ^{Колориметр. путем} изложены в таблице

№ 7.

Таблица № 7.

№№ п/п.	Описание опытов.	Колич. раств.	Введено золота в мгр.	Извлеч. золота в мгр.	% извле- чения
1.	5 см ³ H_2SO_4 + 1 лит. воды + 100 см ³ HCl 1, 19 + 3 гр. сплавл. $Zn+Pb$	1 лит	0,1	0,2	20%
2.	5 см ³ H_2SO_4 + 2 лит H_2O + 100 см ³ HCl + 3 гр. сплав. $Zn+Pb$	2 "	0,1	0,0	0%
3.	2,5 см ³ H_2SO_4 + 1 лит H_2O + 150 см ³ HCl 1, 19 + 3 гр. сплава $Zn+Pb$	1 "	0,05	0,02	40%
4.	То же, но воды 2 лит	2 "	0,05	следы	0%
5.	1 см ³ H_2SO_4 + 1 лит H_2O + 150 см ³ HCl + 3 гр	1 "	0,02	0,01	50%

Как видно этот способ ненадежный - полного извлечения золота не дает.

д) АДСОРБЦИЯ ЗОЛОТА ИЗ ВОДНОГО РАСТВОРА ДРЕВЕСНЫМ УГЛЕМ.

Вопрос о возможности осаждения золота из цианистых растворов древесным углем подробно изучен *J. Gross'om* и *J. W. Scott'om* в 1920г. и в настоящее время по способу М.Эдварса находит и практическое применение, заменяя металлический цинк.

В прежнее время при извлечении золота из руд хлоринацией для осаждения его из водного раствора пользовались также иногда древесным углем ¹⁾. Эти данные навели на мысль воспользоваться древесным углем при определении золота в природной воде. Применялся нами активированный уголь, взятый из противогаса и простой березовый уголь хорошо обожженный.

К различным объемам раствора золота прибавлялось 1-3 гр. древесного угля, растертого в тончайший порошок. Затем производилось перемешивание в течение 5-ти минут и сосуд оставлялся в покое на 8-12 часов. За это время уголь смачиваясь осаждался на дно, а на поверхности плавает только тонкая угольная пленка. Прозрачный раствор сливается сифоном, или через отверстие у дна сосуда, а остаток пропускается через бумажный фильтр. Фильтр с осадком высушивается, а затем сжигается. Зола обрабатывается царской водкой и в дальнейшем поступают как описано было выше.

Полученные весьма благоприятные результаты при предварительных опытах и простота всех манипуляций заставила на этот способ обратить особое внимание и изучить его разносторонне. Мною золото бралось в различных соединениях и в различных коли-

1) И.Н.ПЛАКСИН. "Обработка золотых руд".

чествах, уголь прибавлялся в измельченном виде в раствор золота или раствор пропускался медленно через трубку, наполненную древесным углем.

Результаты приводятся в отдельной сводной таблице № 8.

Таблица № 8.

п.п.	Описание опытов	Колич. раств.	Введено золота в mgr.	Извлеч. золота в mgr.	% извлеч.
1.	1 литр воды + 1 гр. актив. древес. угля (хол. проба)	1 л.	0,0	0,0	-
2.	5 см ³ <i>AuCl₃</i> + 100 см ³ <i>H₂O</i> + 1 гр. актив. угля	105 см ³	0,1	0,07	70%
3.	То же самое	105 "	0,1	0,08	80%
4.	5 см ³ <i>AuCl₃</i> + 1 лит. <i>H₂O</i> + 1 гр. актив. угля	1 л.	0,1	0,08	80%
5.	10 см ³ <i>AuCl₃</i> + 1 лит. <i>H₂O</i> + 2 гр. <i>K₂Cr₂O₇</i> + 1 гр. актив. угля	1 "	0,2	0,2	100%
6.	10 см ³ <i>AuCl₃</i> + 5 капель <i>SnCl₂</i> для перев. Au в водный + 1 л. <i>H₂O</i> + 1 гр. актив. угля	1 "	0,2	0,2	100%
7.	5 см ³ <i>AuCl₃</i> + 2 лит. <i>H₂O</i> + 1 гр. актив. угля	2 "	0,1	0,1	100%
8.	1 лит. <i>H₂O</i> + 1 гр. б. угля (хол. проба)	1 "	0,0	0,0	-
9.	5 см ³ <i>AuCl₃</i> восстанов. <i>SnCl₂</i> в <i>H₂O</i> + 1 гр. бер. угля	5 "	0,1	0,1	100%
10.	5 см ³ <i>AuCl₃</i> восстанов. в щелочи. среде формалином + 2 лит. <i>H₂O</i> + 1 гр. березового угля	2 "	0,1	0,1	100%
11.	2,5 см ³ <i>AuCl₃</i> + 5 лит. <i>H₂O</i> + 1 гр. берез. угля	5 "	0,05	0,05	100%
12.	5 см ³ <i>AuCl₃</i> + 3 лит. <i>H₂O</i> пропускали через делит. воронку с 2 гр. зерн. угля	3 "	0,1	следи	0%
13.	2,5 см ³ <i>AuCl₃</i> + 8 лит. <i>H₂O</i> + 1 гр. берез. угля и перем.	8 "	0,05	0,05	100%

14.	2,5 см ³ <i>AuCl₃</i> + 13 лит. <i>H₂O</i> + 1 гр. берез. угля, 5 мин. пер .	13 л.	0,05	0,05	100%
15.	1 см ³ <i>AuCl₃</i> + 13 лит. <i>H₂O</i> + 1 гр. берез. угля ..	13 "	0,02	0,02	100%
16.	1 см ³ <i>AuCl₃</i> + 8 лит. <i>H₂O</i> 1 гр. бер. угля. Вода + АИ повторно сливалась через 24 ч. в течение 5-ти су- ток и добавлялась новая порция. Уголь не менялся	40 "	0,1	0,06	60%
17.	2,5 см ³ <i>AuCl₃</i> + 1 лит <i>H₂O</i> 2 гр. угля + 10 см ³ <i>HCl</i> 1, 19	1 "	0,05	0,05	100%

Когда древесный уголь прибавляется в раствору золота, перемешивается и оставляется в покое до полного просветления раствора [8-12 часов], то адсорбирование золота происходит полное, независимо от того, в каком виде находится золото в растворе [хлорного, цианида, коллоидного].

Пропускание золотого раствора, хотя и медленное, через слой древесного угля не дает надлежащего эффекта - полного извлечения золота не получается [опыты № 12].

Агитирование одной навеской угля нескольких порций золотого раствора, также не дает хороших результатов [опыт № 16]; намокший уголь после перемешивания быстро осаждается, не успевая адсорбировать все золото.

При пробах, когда вводилось в воду очень малое количество золота, последнее определялось при помощи парадиметиламинобензильденроданина.

Результаты приведены в таблице № 9.

| см. табл. н|обороте|.

Т а б л и ц а № 9.

№ п/п.	Описание опыта	Колич. раств.	Введено золота в mgr.	Опред. золота в mgr.	% извлечения
1.	1 см ³ <i>AuCl₃</i> + 1 лит. <i>H₂O</i> + 0,5 гр. угля	1 лит.	0,02	0,02	100%
2.	0,1 см ³ <i>AuCl₃</i> + 1 лит. + 0,5 гр. угля	1 "	0,002	0,0	0%
3.	То же самое	1 "	0,002	0,0	0%
4.	1 см ³ <i>AuCl₃</i> + 1 лит. <i>H₂O</i> + 0,5 гр. угля	1 "	0,02	0,02	100%
5.	0,5 см ³ <i>AuCl₃</i> + 1 лит. <i>H₂O</i> + 0,5 гр. угля	1 "	0,01	0,01	100%
6.	0,3 см ³ <i>AuCl₃</i> + 1 лит. <i>H₂O</i> + 0,5 гр. угля	1 "	0,006	0,006	100%

Таким образом, при помощи парадиметаминобензильденпро-
дана оказалось возможным определять 0,006 mgr. золота. Коли-
чество же золота в 0,002 mgr. все же не обнаруживается, ве-
роятно, от влияния различных примесей, тогда как в чистых
стандартных растворах такое количество определяется.

В Ы В О Д Ы:

Из всех испробованных методов особое внимание заслу-
живает способ Матайна Яссуда с сулемой, выделяющий из
раствора золото полностью. Но он связан с расходом большого
количества соляной кислоты и металлич. магния или алюми-
ния, поэтому его возможно применить, когда вода содержит
сравнительно много золота и воды достаточно брать 2-3 лит.

Природные воды содержат слишком мало золота и чтобы

обнаружить его приходится брать воды 200-300 литров. При таких условиях все преимущество остается за выделением золота адсорбцией древесным углем. Этот метод и был применен мною при исследовании природных вод на содержание в них золота.

ОПРЕДЕЛЕНИЕ ЗОЛОТА В ПРИРОДНЫХ ВОДАХ.

Приборами служили два деревянных бака, выкрашенные внутри белой эмалевой краской и два цинковых бака, также внутри выкрашенные. Каждый бак вмещал 50 литров воды.

Эти сосуды на расстоянии 2-х сантиметров от дна имели отверстия диам. в 1 см. закрывающиеся хорошо резиновой пробкой.

Само опробование на золото производилось следующим образом: на дно сосуда наливается немного исследуемой воды, всыпается 2 гр. мелкого древесного угля [-250 меш] и встряхиванием бака уголь тщательно смешивается с водой. После этого бак наполняется водой и производится помешивание деревянной лопаточкой в течение 15-ти минут. Уголь распределяется довольно равномерно по всей массе воды и долгое время остается во взвешенном состоянии, адсорбируя золото.

Через 8-10 часов стояния уголь осаждается на дно и через отверстие в баке, отрывая пробку, можно слить прозрачный раствор. Под конец слива воды, чтобы предохранить уход с верх плавающего слоя угля, бак осторожно наклоняют в сторону отверстия. Таким образом, удается слить с осадка почти всю воду, оставив в баке ее около литра. Тогда отверстие бака закрывают пробкой и остаток воды с осадком переносится в стеклянный барачный стакан и бак споласкивается несколько раз водой, слитой из бака.

Содержимое ставана оставляется в покое на 8-10 часов и прозрачную воду сливают при помощи сифона, а остаток пропускают через фильтр. Фильтр с осадком высушивается и прокаливается до полного сгорания угля. Если золы остается немного, то она прямо обрабатывается царской водкой и золото определяется колориметрическим путем, но в большинстве случаев золы получается довольно много [20 гр. и больше], так как уголь адсорбирует из воды не только золото, но и другие вещества. При действии царской водки на такой остаток переходят в раствор различные соли, которые при выпаривании и доведении раствора до 10 см³, выпадают и мешают колориметрированию.

В таких случаях на прокаленный остаток лучше действовать иодным раствором, чтобы золото перевести в раствор, а в дальнейшем поступают, как описано при определении золота в рудах, иодным методом.

Результаты анализа природных и приисловых вод приводим в таблице № 10.

Исследование производилось мною в 1934 году с 20-го мая по 25-е июля.

Т а б л и ц а № 10.

1. Место взятия пробы воды.	Колич. взятой воды.	Найдено золота в мгр.	Содерж. золота мгр/л.	ПРИМЕЧАНИЕ.
Р. Ушаковна в г. Иркутске	300 л.	0,02	0,066	Мутная
Р. Ангара, против ГИНЗОЛОТО	500 л.	0,02	0,04	Прозр.
Р. Крестовна, впадающая в Байкал при с. Лиственичном	300 "	0,05	0,16	" -
Из старого разреза на Крестов. в 1½ км. от устья реки	100 "	0,02	0,20	" -
Из Байкала ниже устья р. Крестовна, на месте работ старателей с плотов	300 "	0,035	0,12	Мутн.

БАЛЫСКИЙ КОМБИНАТ.

6.	Из закрытого разреза в который впадает Сухой Ключ	180 л.	0,03	0,17	Слегка мутная
7.	Из разреза с проточной водой, в него впадает вода с гидров. работ и старательских	180 "	0,06	0,34	Мутная
8.	Вода ключа, вытекающая из под старого отвала. Берется для питья	180 "	0,01	0,05	Прозр. чистая
9.	Из Сухого ключа около динамит- ного склада. Падь не золотоносн.	180 "	0,01	0,05	
10.	Из р. Каменки, левый гидравличе- ческой разработки	130 "	0,012	0,09	-"
11.	Из шахты № 10	250 "	1,14	4,56	Очень мутн.
12.	Тоже после отстаивания и уда- ления осадка	180 "	0,02	0,11	Прозрачн
13.	Из под бегунов после отстаи- вания	235 "	0,15	0,638	Слега мутн.
14.	Случная вода из "тепльяна" после промывки хвостов 4 УП- 34 года	250 см ³	0,175	700,0	По спосо Чиллиди
15.	Тоже 5 УП-34 года	-"	0,325	1300,0	
16.	Тоже, 6 УП-34 года	-"	0,300	1200,0	
17.	Тоже, 7 УП-34 года	100"	0,05	500,0	Коллрр.
18.	Тоже из озера, ниже "теп- ляна", 9 УП-34 г.	-"	0,06	600,0	-"
19.	Тоже у моста в Нов.Троицку, сильный стоя, 11.УП-34 г.	-"	0,05	500,0	-"
20.	Из р.Унды, около дер. Нов. Троицкой	175 л.	0,03	1,7	

ДАРАСУНСКИЙ КОМБИНАТ

11.	С плотины, после бегунов	230 л.	0,05	0,217	Мутная
12.	Из шахты футбольной при входе в обогатит. ф-ку	230л.	0,03	0,13	Слегка мутная
13.	Сливы обогат. ф-ки	170"	0,01	0,06	Мутн.
14.	Вода из тав. назыв. "Байкала"	230 "	0,025	0,108	Прозр.

25. Из Михайловск. разреза	115 л	0,03	0,261	прозра.
26. Из шахты № 10	230 "	0,04	0,173	"
27. Из шахты Перво-Майской	230 "	0,03	0,13	Слегка мутн.
28. Река Жарча	60 "	0,02	0,33	Тоже

От проф. ШИПАЧЕВА

| в р-не порож. Уровской бол. |

29. Из влуща с. Шелопугино 8.У1-34 Года	100 л.	0,005	0,05	
30. р.Унда с.Шелопугино	100 л	0,003	0,03	
31. р.Туров, выше места впаде- ния р.Унды	100 л	0,003	0,03	
32. р.Унда до впадения р. Шахтомы	100л.	-	следы	
33. р.Газимур	150 ж	0,70	4,7	
34. Оз. Догве	120 "	0,005	0,04	
35. Рек.Урюмин	100 "	0,003	0,03	

Результаты анализов природных вод [включая и приисковых] показали, что все они вообще содержат очень мало золота и о промышленном значении, в смысле возможности извлечения из них золота, говорить не приходится. Но различные по своему характеру воды содержат различное количество золота. Так, в воде рек на золотоносных районах, как например, в Ушаковке, Ангаре, Сухом Ключе - количество золота колеблется в пределах - 0,04 - 0,06 мгр. на 1 т. воды.

Вода рек, протекающих по золотосодержащим горным породам, содержит золота почти в пять раз больше [реки Крестовая, Жарча, Унда и отчасти Каменная] - в количествах, выражаемых в десятых долях мгр. на 1 т. воды.

Еще больше золота находится в старых разрезах и шахтах. Особое место занимают сточные воды с Балайского илового завода [но эти воды уже не естественные] - в них золото находится, видимо, в виде цианидов и большое содержание [от 0,5 гр. до 1,3 гр. на т. воды] объясняется плохой промывкой хвостов.

Дальнейшее изучение природных вод в этом направлении и накопление достаточных данных может дать в будущем возможность по анализам воды судить о золотистости исследуемых районов, облегчая этим геологическую разведку на золото.

3! ОПРЕДЕЛЕНИЕ ЗОЛОТА В ЦИАНИСТЫХ РАСТВОРАХ.

При получении золота из руд цианированием для контроля процессов степени извлечения золота, для урегулирования питания циановой пылью осадительных установок и выявления полноты осаждения золота - необходимо располагать способами определения малых количеств золота.

В этих случаях большое преимущество остается за колориметрическими методами, дающими возможность довольно быстро и сравнительно точно определять количество золота в цианистых растворах. При этом, чем меньше золота содержится в растворе, тем точнее получаются результаты.

ГАМИЛЬТОН указывает на способ Довсетта качественного определения золота в цианистых растворах^I, но, как было указано выше, располагая стандартным раствором золота, возможно вести определение золота и количественно.

Осаждение золота из цианистого раствора можно вести при помощи циановой пыли с искусно кислым свинцом или выделять золота древесным углем. В первом случае в раствор хлорного золота прибавляется цианистый калий с расчетом, чтобы зрелость

I! В.М. ГАМИЛЬТОН. Руководство по цианированию золотых и серебряных руд. 1932 г. ст. 52.

его была около 0,2%, затем добавляется 2-3 капли насыщенного раствора уксусно-лилового свинца и высыпается 2 гр. цинковой пыли и хорошо встряхивается 2-3 минуты и содержимое переносится в фарфоровую чашку, после отстаивания чистый раствор сливается, осадок промывается водой два раза деваптанцией и затем растворяется в малом количестве царской воды.

При выделении золота активированным углем крепость цианистого раствора доводят до 0,02%, высыпается древесный уголь, растертый в мельчайший порошок [-250 меш] в количестве 1-2 гр. и производится агитация 1-2 часа. Затем уголь отфильтровывается и сжигается. Озоленный остаток растворяется в царской воде, если колориметрирование ведется с хлористым оловом, или обрабатывается иодным раствором при колориметрировании парадиметиламинобензидилендиоксидом или бензидином.

Результаты проведенных мною опытов приводятся в следующей таблице:

Таблица № II.

№ п.	Описание опыта.	Колич. раство-ра.	Введено золота в мгр.	Найде-но зо-ла в мгр.	% извле-чения
1.	5 см ³ AuCl ₃ + 1 лит. H ₂ O + 1 гр. K ₂ Cr ₂ O ₇ + 2 гр. Zn-после + 3 капли (CH ₃ COO) ₂ Pb	1 л.	0,1	0,03	30%
2.	2,5 см ³ AuCl ₃ + 1 лит. H ₂ O + 2 гр. K ₂ Cr ₂ O ₇ + 3 кап. (CH ₃ COO) ₂ Pb	1 л.	0,05	0,05	100%
3.	5 см ³ AuCl ₃ + 1 лит. H ₂ O + 2 гр. K ₂ Cr ₂ O ₇ + 3 кап. (CH ₃ COO) ₂ Pb	1 л.	0,1	0,1	100%
4.	2,5 см ³ AuCl ₃ + 6 лит. H ₂ O + 2 гр. K ₂ Cr ₂ O ₇ + 3 кап. (CH ₃ COO) ₂ Pb	6 "	0,5	0,2	40%
5.	1 лит. H ₂ O + 2 гр. K ₂ Cr ₂ O ₇ + 3 капли (CH ₃ COO) ₂ Pb + 2 гр. Zn-после	1 "	0,0	0,0	Холост.
6.	1 см ³ AuCl ₃ + 0,04 гр. K ₂ Cr ₂ O ₇ + 1 гр. угля	200 см ³	0,02	0,02	100%

7.	0,5 см ³ <i>Анх</i> + 0,04 гр. <i>Кит</i> + 1 гр. угля	200 см ³	0,01	0,01	100%
8.	0,25 см ³ <i>Анх</i> + 0,04 <i>Кит</i> + 1 грамм угля	- "	0,005	0,005	100%
9.	1 см ³ <i>Анх</i> + 0,2 гр. <i>Кит</i> + 2 гр. угля	1 лит.	0,02	0,02	100%
10.	0,5 см ³ <i>Анх</i> + 0,2 гр. <i>Кит</i> + 2 гр. угля	1 "	0,01	0,01	100%

На основании выше приведенных данных мы приходим к следующим выводам:

Колориметрические методы определения золота в цианистых растворах особенно пригодны при малом его содержании в отработанных растворах, в сточных водах, после промывки хвостов, и т.п. При этом исследуемого раствора можно брать произвольное количество, в зависимости от содержания в нем золота. Если цианистого раствора берется литр и более, то после агитации раствор оставляют в покое 6-8 часов - дают возможность отстояться осадку и избыток прозрачного раствора сливают при помощи сифона и только небольшой остаток фильтруют.

4| ОПРЕДЕЛЕНИЕ ЗОЛОТА В МЕТАЛЛИЧЕСКОЙ РТУТИ

После установления возможности определять малые количества золота парадиметиламинобензилдиенроданином мною была опробована металлическая очищенная ртуть для проверки содержания в ней золота.

Навеска ртути 20-25 гр. помещалась в фарфоровый тигель и растворялась в азотной кислоте [1:1], абсолютно свободной от соляной кислоты. Остаток промывался водой декантацией и осторожно проваливается в тигле до полного удаления следов ртути. Остаток в тигле растворяется в небольшом количестве царской

воды и избыток кислоты удаляется многократным выпариванием с дистиллированной водой, для получения слабо-кислого раствора. Так как при этом возможно частичное восстановление золота, то прибавляют в тигель немного хлорной воды и выпятят до удаления хлора.

Результаты этих опытов приводятся в таблице № 12.

Таблица № 12.

№ п/п.	Навеска ртути.	Найдено золота в мгр.	Колич. золота в мгр. рт. в мгр.	Количество золота в %
1.	25 гр.	0,0	0,0	-
1-бис	25 гр.	0,0	0,0	-
2.	20 гр.	0,01	0,5	0,00005%
3.	20 гр.	0,03	1,5	0,00015
4.	20 гр.	0,02	1,0	0,0001
5.	20 гр.	0,04	2,0	0,0002

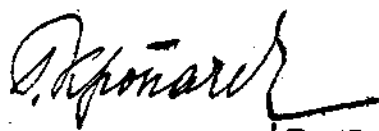
т.е. разрабатываемым методом удастся установить в ртути наличие таких малых количеств золота, которые не доступны определению обычными методами.

IV. ОБЩЕЕ ЗАКЛЮЧЕНИЕ.

Глубокий интерес, который возбуждает вопрос о распространении золота в природе во всех его видах и стремление к определению даже малых его количеств сулят широкое распространение колориметрическому методу определения золота и требуется внедрение его в практику не только наших специальных лабо-

раторий, но и в практику полевых работ, а также при исследова-
нии золотосности рудничных вод по различным горизонтам
и участкам.

Инженер-технолог



[Г. КРОПАЧЕВ] .

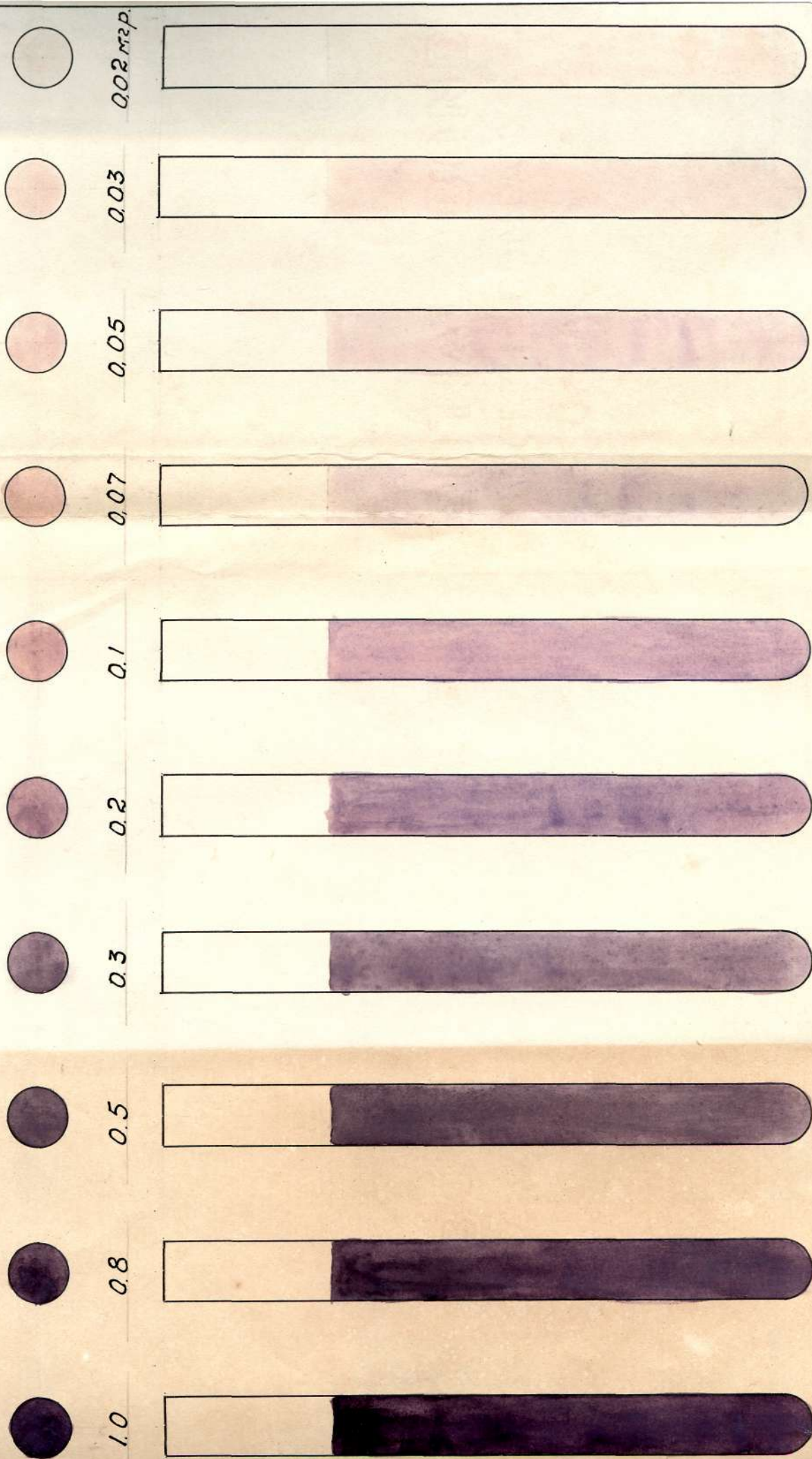
У. Л И Т Е Р А Т У Р А

1. Проф. МОСТОВИЧ - Пробирное искусство. 1932 года.
2. В.С.СОРОКОМСКИЙ и Е.В. СНОПОВА - Обзор методов определения золота. Журнал - "Минеральное Сырье", 1926 г.
№ 7/8 ст. 558-567.
3. Реферант Б.НЕВСКИЙ - Объемный метод определения золота.
Журнал "За овладение техникой", 1932 г. № 9, ст. 16.
4. И.Н.ПЛАКСИН и М.А. КОЖУХОВА - Количественные методы определения золота. Журнал "Цветные металлы", 1931 г.
№ 1 ст. 35-40.
5. Проф. Б.Н.МЕНШУТКИН - Курс общей химии, 1933г. ст. 284
6. *Zentralblatt* Колориметрические способы определения золота 1919 г. IV. 349.
- 7 Р.ФАЙГЛЬ- Капельный анализ, ст. 180, 152-153, 109.
8. *Glassen, Ausgewählte Methoden* I-249
9. ХОЛЛОВ- Определение золота одной пробой. Журнал "Золото и платина", 1930г: апр. месяц.
10. КРОПАЧЕВ Г.К. - Определение золота в рудах при полевых разведках. Журнал "Россыпи" и "Руды", 1931г.
№ 6-7 ст. 19.
11. КРОПАЧЕВ Г.К. " Колориметрическое определение золота в щелочистых растворах. Журнал " Золото и платина " 1930г. № I, ст. 34.
12. МОТАИКА ЯССУДА- " Определение золота и серебра в морской воде. Американский журнал " *Bulletin of the Chemical Society of Japan* 1927 г. № 2 ст. 321-323.
13. И.Н.ПЛАКСИН - Обработка золотых руд, ст. 190-193.
14. Б. РОЗЕНФЕЛЬД- Качественный анализ, 1933г. ст. 284.

15. ТРЕДВЕЛЛ-ГОЛ. Качественный химический анализ
1933г. ст. 315-322.
16. В.М.ГАМИЛЬТОН - Руководство по цианированию золотых и
серебряных руд.
17. Проблема гидрозолота и ее значения. "Советская золото-
промышленность", 1934 г. № 6-7.
18. *ф. Табер. Zt. schg. anorg. Ch.* 1925г., 147, 156.
19. БЛЮ и ШТАРК - Адсорбция.-

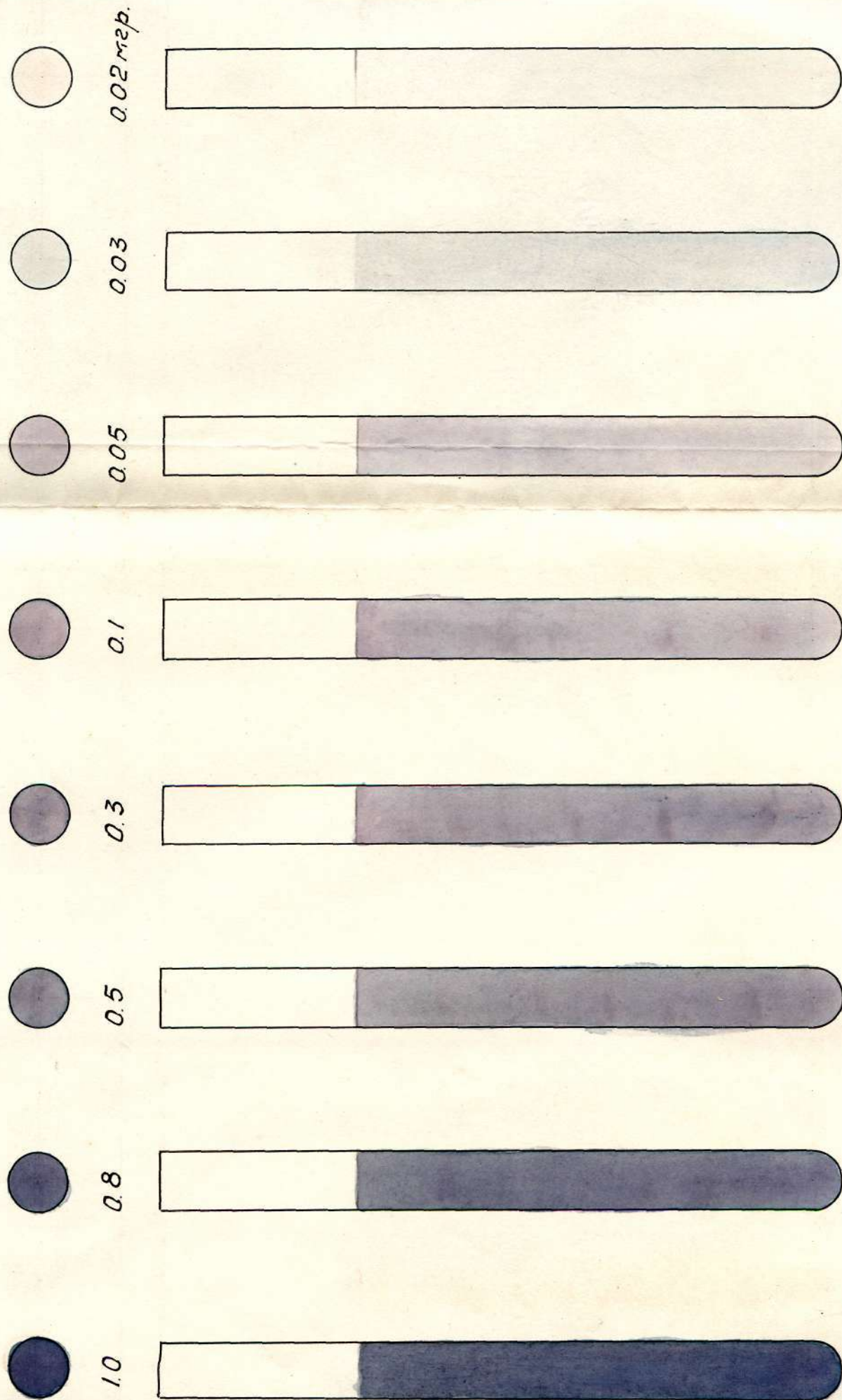
-----00000-----

Определение золота колориметрически
восстановителем SnCl_2 в соляно-кислом растворе

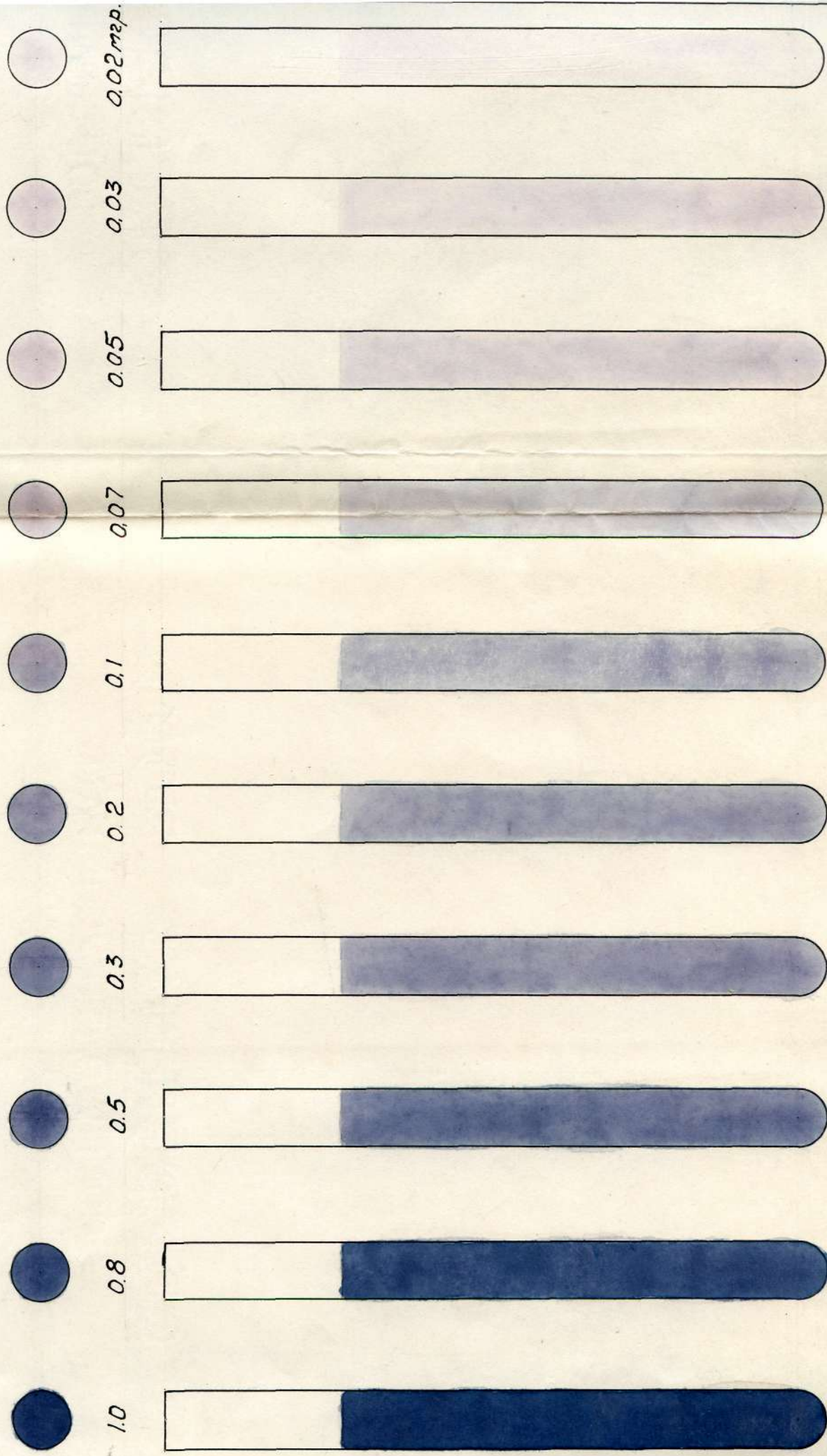


Шкала №2

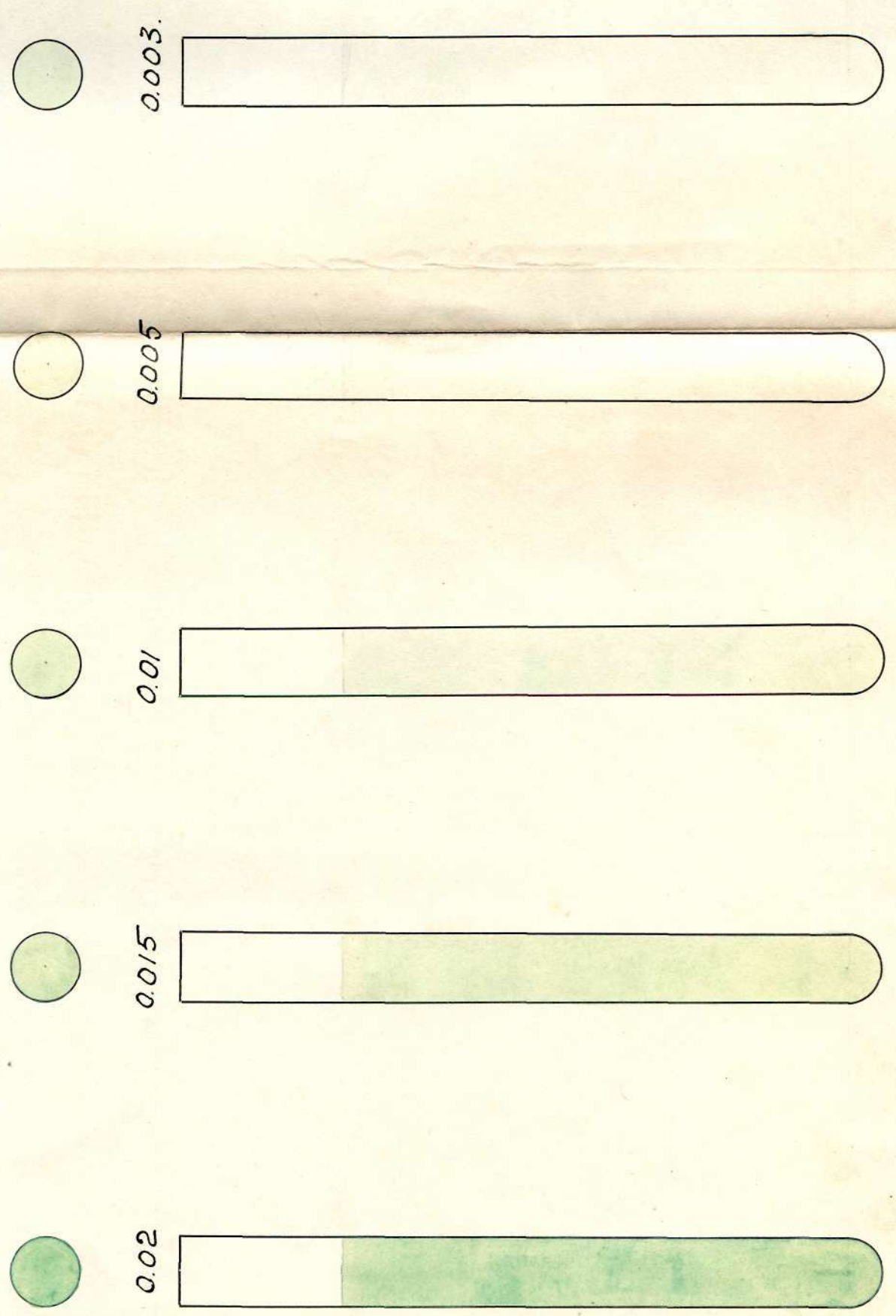
Определение золота колориметрически восстанов-
лением SnCl_2 в слабо соляно-кислом растворе



шкала №3
 Определение золота колориметрически восстановлением соляно-кислым гидразинот в щелочном растворе



шкала №4
определение золота колориметрически
бензидином.



определение золота колориметрически.
парадегитаминодензиглиденанином.

