



Республика Таджикистан

(19) **TJ** (11) **424**

(51) МПК 7 **G01N 21/72, 31/12**

ГОСУДАРСТВЕННОЕ
ПАТЕНТНОЕ ВЕДОМСТВО

(12) **Описание изобретения**

К ПАТЕНТУ

(21) 05000845

(22) 21.02.2005

(46) 02.06.2006, Бюл. 41 (1)

(71) (72) (73) Ревазов Б.А. (TJ)

(54) СПОСОБ ОПРЕДЕЛЕНИЯ МЕТАЛЛОВ В ОРГАНИЧЕСКИХ МАТЕРИАЛАХ

(56) 1. RU 2027183 C1, 20.01.1995;

2. SU 998927 A1, 25.02.1983;

3. RU 2232825 C1, 20.07.2004;

4. SU 1695168 A1, 30.11.1991;

5. RU 2018805 C1, 30.08.1994;

6. SU 800864 A1, 30.01.1981;

7. RU 15843 C1, 15.07.1994.

(57) Изобретение относится к области аналитической химии при определении содержания металлов, например, золота в активированных углях обогатительных фабрик.

С целью повышения полного испарения металлического золота с активированного угля и сокращении времени производства анализа проводят термообработку анализируемой пробы с последующим пламенным атомно-абсорбционным спектрофотометрированием. Термообработку, анализируемой пробы, ведут после смешивания ее с твердым окислителем, например, нитратом калия в потоке газа-носителя со скоростью подачи 50-60 см³/с, после чего проводят атомно-абсорбционное спектрофотометрирование при температуре пламени испарителя 2300°C.

Изобретение относится к области аналитической химии при определении содержания металлов, например, золота в органических материалах - в активированных углях обогатительных фабрик.

Известен способ определения золота в активированном угле, в соответствии с которым подготовка проб к анализу заключается во взятии навески активированного угля, с помощью которого золото извлекают из раствора разложения исследуемого материала, сушат, озоляют, продукт озоления растворяют в царской водке, доводят до определенного объема и распыляют в пламя атомно-абсорбционного спектрофотометра и по величине оптической плотности определяют концентрацию золота. (Методы аналитического контроля в цветной металлургии с.38, 1986).

В настоящее время указанный способ является основным при определении золота в активированном угле на обогатительных фабриках, извлекающих золото цианированием.

Недостатком описанного аналога является длительность подготовки пробы к анализу 3-4 часа.

Наиболее близким по технической сущности к заявляемому изобретению является выбранный в качестве прототипа способ определения металлов в органических материалах (патент РФ №2027183, G01N 31/12, 1995), в соответствии с которым путем термообработки анализируемой пробы с последующим пламенным атомно-абсорбционным спектрофотометрированием, термообработку ведут в токе хлористого водорода при 400-500°C в течение 20-30 минут, определяют массу углеродного остатка, после чего проводят атомно-абсорбционное спектрофотометрирование при температуре испарителя 1000-1100°C.

Недостатком указанного способа является невозможность определения количества металлического золота из-за того, что оно остается в золе продуктов горения – со сгорающего угля золото в пламя атомизатора не поступает, остается в лодочке и сигнала сорбции не наблюдается.

Поставленная цель достигается тем, что в известном способе определения в органических материалах термообработку анализируемой пробы с последующим атомно-абсорбционным спектрофотометрированием, термообработку ведут с твердым окислителем, например нитратом калия в потоке газа носителя со скоростью подачи 50-60 см³/с, а атомно-абсорбционное спектрофотометрирование проводят при температуре испарителя 2300°C.

Цель изобретения: Достижение полного испарения металлического золота с активированного угля и сокращение времени производства анализа.

Для достижения поставленной цели заявляемое изобретение включает следующие общие признаки, совокупность которых направлено на решение только одной задачи, связанной с целью изобретения:

Подготовленную пробу к анализу подвергают термообработке: навеску активированного угля с сорбированным на нем золотом оттарированным ковшечком насыпают в угольное блюдо, диаметром 10 мм, толщиной 2 мм, глубиной 1 мм, которое помещают на электрическую нихромовую спираль, мощностью 150-200 Вт и устанавливают в кварцевую трубку, служащую стыковочным узлом с блоком атомизатора спектрофотометра. В стыковочную трубку непрерывно подают поток газа - носителя. Включают нагрев спирали и проводят атомно- абсорбционное спектрофотометрирование путем регистрации сигнала сорбции в виде площади импульса электронным интегратором и вычисляют содержание золота в исследуемом образце с использованием калибровочного графика, причем термообработку анализируемой пробы ведут после смешения навески с твердым окислителем, например нитратом калия, в потоке газа-носителя со скоростью подачи 50-60 см³/с, после чего проводят атомно-абсорбционное спектрофотометрирование при температуре пламени испарителя 2300° С.

Способ осуществляется следующим образом:

Навеску высушенного активированного угля массой 1 гр. с сорбированным золотом смешивают с 5 г. нитрата калия и тщательно истирают в ступке. Оттарированным ковшечком (что в пересчете на чистый уголь составляет 1 мг.), насыпают в угольное блюдо диаметром 10 мм., толщиной 2 мм., глубиной 1 мм.. Блюдо помещают на электрическую нихромовую спираль, мощностью 150-200 Вт (патент РФ №2018805, G01 №21/72, 1990) и устанавливают в кварцевую трубку, которая служит стыковочным узлом с блоком атомизатора спектрофотометра. В стыковочную трубку непрерывно подается поток газа-носителя со скоростью 50-60 см³/с.

По достижении стабильности горения пламени через 3-4 секунды включают нагрев спирали. Через 5-6 секунд, при достижении температуры блюда порядка 600° С, уголь вспыхивает и в течении 1 с, сгорает, чему способствует присутствие твердого окислителя - нитрата калия, обеспечивающего горение угля с температурой порядка 2300° С. При такой температуре золото испаряется и уносится в пламя атомизатора, возникающий сигнал сорбции регистрируют в виде площади импульса электронным интегратором и вычисляют содержание золота в исследуемом образце с использованием калибровочного графика.

Пример конкретного выполнения:

Работа по определению золота в активированном угле была проведена на образцах коксового угля Кансайской горно-обогатительной фабрики, добывающей золото из руды, как и предприятия большинства золотодобывающих стран методом цианирования и сорбцией его из цианистого раствора активированных углем.

Количество золота, сорбированное углем, - важный технологический показатель, и от того, насколько быстро будет получен результат анализа, зависит эффективность технологического процесса.

Золото определяют атомно-абсорбционным методом по классической схеме: Сушка угля, взятие навески, озоление, растворение в царской водке, доведение до нужного объема, замер. Время замера на приборе составляет 1с, а время подготовки пробы для замера 3-4 ч (озоление и растворение в царской водке - самые длительные стадии).

Был взят образец угля с содержанием золота 50г/т (отмытый уголь) и уголь с содержанием золота 1кг/т (оптимальное содержание золота в угле после сорбции).

Прямое сжигание навески истертого угля путем ввода вещества в атоизирующее устройство не дало сигнала сорбции, так как цианид золота разлагается, а температура в устройстве ввода не более 1000°C, в этих условиях золото остается в золе.

Для полного перевода золота с угля в пламя горелки, навеску высушенного активированного угля массой 1 г с сорбированным золотом смешивают с 5г нитрата калия и тщательно истирают в агатовой ступке и оттарированным ковшечком (что в пересчете на чистый уголь составляет 1 мг.), насыпают в угольное блюдо диаметром 10 мм., толщиной 2 мм., глубиной 1 мм.. Блюдо помещают на электрическую нихромовую спираль, мощностью 150-200 Вт, спираль с помещенным на ней блюдом устанавливают в стыковочную кварцевую трубку. В трубку непрерывно подают поток газа-носителя со скоростью 50-60 см³/с, в качестве газа-носителя можно использовать как воздух, так и инертные газы. По достижении стабильности горения пламени через 3-4 секунды включают нагрев спирали, при достижении температуры 600°C через 5-6 секунд уголь вспыхивает и при температуре 2300°C в течение 1 с, сгорает с одновременным испарением металлического золота, который уносится потоком газа-носителя в смесительную камеру блока атомизатора, в котором смешивается с горючим газом и дополнительным количеством окислителя и поступает в пламя, где происходит образование свободного атомного пара и измерение атомной абсорбции.

Величина сигнала сорбции составляет в у.е.

50г/т - 4 -5 ед. а кг/т - 80-85 ед., а величина оптической плотности 0,04 Д, 0,8 Д соответственно.

Присутствие твердого окислителя такого как нитрат калия, натрия, бертолетовой соли, обеспечивает горение угля при температуре 2300° С, при которой происходит полное испарение металлического золота.

Сигнал сорбции «выстреливается», поэтому предпочтительно использование электронного интегратора, так как самописец с низкой скоростью пробега каретки не успевает фиксировать оптическую плотность.

Скорость подачи газа-носителя составляет 50-60 см³/с, так как количество переносимого золота достигает максимального значения. При меньшей скорости порядка 30-40 см³/с, происходит частичное оседание золота на стенках камеры, а при большей скорости потока происходит снижение концентрации паров золота в единице объема горючей смеси.

Как показали результаты опытной проверки при использовании заявляемого способа определения металлов в органических материалах обеспечивается достижение следующих показателей:

1. Обеспечивается возможность полного испарения золота с активированного угля за счет повышения температуры горения угля путем смешивания навески активированного угля с твердым окислителем, присутствие которого обеспечивает температуру горения порядка 2300°C.

2. Время производства анализа сокращается в 4 раза: время подготовки пробы угля к анализу составляет 20-30 минут, по сравнению с прототипом - (3-4 часа). На замер уходит не более 1 минуты.
3. Исключается использование дорогостоящих хим. реактивов – HNO_3 , HCL .
4. Обеспечивается экономия электроэнергии за счет исключения длительных стадий озонирования, растворения в царской водке.
5. Возникает возможность проведения экспресс-анализа, что способствует более эффективному проведению технологического процесса, приводящего к росту производительности фабрик.
6. Возможно определение цветных металлов и металлов группы железа.

Формула изобретения

1. Способ определения металлов в органических материалах, включающий термообработку анализируемой пробы с последующим пламенным атомно-абсорбционным спектрофотометрированием, **отличающийся тем, что** термообработку анализируемой пробы ведут после смешения ее с твердым окислителем, а атомно-абсорбционное спектрофотометрирование проводят при температуре пламени испарителя 2300°C .
2. Способ по п.1, **отличающийся тем, что** твердым окислителем является нитрат калия.
3. Способ по п.1, **отличающийся тем, что** атомно-абсорбционное спектрофотометрирование проводят при подаче газа-носителя со скоростью $50\text{-}60 \text{ см}^3/\text{с}$.