



(12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 113125430 A

(43) 申请公布日 2021.07.16

(21) 申请号 202110419682.X

(22) 申请日 2021.04.19

(71) 申请人 郑州大学

地址 450001 河南省郑州市高新技术开发区科学大道100号

申请人 河南郑大矿冶工程科技有限公司

(72) 发明人 宋翔宇 许来福 翟晓辰 张振 张红涛 王文

(74) 专利代理机构 郑州银河专利代理有限公司 41158

代理人 陈玄

(51) Int. Cl.

G01N 21/79 (2006.01)

G01N 21/82 (2006.01)

G01N 1/34 (2006.01)

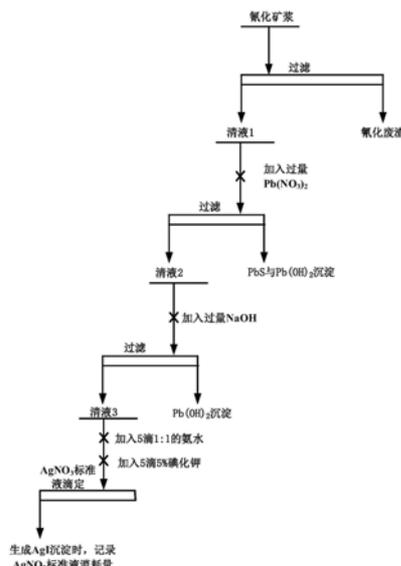
权利要求书1页 说明书4页 附图1页

(54) 发明名称

一种含锑金矿氰化浸出过程中的氰根浓度测定方法

(57) 摘要

本发明涉及离子浓度检测技术领域,具体涉及一种含锑金矿氰化浸出过程中的氰根浓度测定方法,包括以下步骤:步骤一、取正在氰化的矿浆,过滤得清液1;步骤二、向步骤一中得到的清液1中逐步加入过量固体Pb(NO3)2,过滤得清液2;步骤三、向步骤二中得到的清液2中加入过量的固体NaOH,过滤得清液3;步骤四、取一定量步骤三中得到的清液3,向其中加入氨水,再加入碘化钾,用AgNO3标准液进行滴定,当溶液中出现浅黄色沉淀时即为滴定终点,记下AgNO3标准液的消耗量用以计算矿浆中氰根浓度。有益效果为:本发明通过使用过量的Pb(NO3)2除去矿浆中影响滴定的S2-,之后加入过量的NaOH除去影响KI指示剂的Pb2+,消除了杂质离子对于氰根滴定的影响,可实现氰根浓度的快速实时监控。



CN 113125430 A

1. 一种含铋金矿氰化浸出过程中的氰根浓度测定方法,其特征在于,包括以下步骤:

步骤一、取正在氰化的矿浆,过滤得清液1;

步骤二、向步骤一中得到的清液1中逐步加入固体 $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$ 除去影响滴定的 $\text{S}^{2-}$ ,随着 $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$ 的加入溶液中会先生成 $\text{PbS}$ 灰黑色沉淀,过滤得清液2;

步骤三、向步骤二中得到的清液2中加入过量的固体 $\text{NaOH}$ 生成 $\text{Pb}(\text{OH})_2$ 除去上步中加入的过量的 $\text{Pb}^{2+}$ ,过滤得清液3;

步骤四、取一定量步骤三中得到的清液3,向其中加入氨水,再加入碘化钾,用 $\text{AgNO}_3$ 标准液进行滴定,当溶液中出现浅黄色沉淀时即为滴定终点,记下 $\text{AgNO}_3$ 标准液的消耗量用以计算矿浆中氰根浓度。

2. 根据权利要求1所述的含铋金矿氰化浸出过程中的氰根浓度测定方法,其特征在于,步骤二中 $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$ 过量添加,直至无灰黑色沉淀出现为止。

3. 根据权利要求1所述的含铋金矿氰化浸出过程中的氰根浓度测定方法,其特征在于,步骤三中 $\text{NaOH}$ 过量添加,直至无白色沉淀出现为止。

## 一种含铋金矿氰化浸出过程中的氰根浓度测定方法

### 技术领域

[0001] 本发明涉及离子浓度检测技术领域,具体涉及一种含铋金矿氰化浸出过程中的氰根浓度测定方法。

### 背景技术

[0002] 由于氰化浸金具有操作方法简单、操作成本低、工艺化程度高等一系列优点,因此氰化浸金现在仍是现有浸金技术中使用最为广泛的。

[0003] 在氰化浸出金的过程中,金溶解及一些杂质元素都会消耗氰化物。若矿浆中氰根浓度过低,会导致氰化过程中金的溶解速度过慢,金达到较高浸出率所需时间过长;若矿浆中氰根浓度过高,会导致氰化物消耗过多,成本增加,且氰化后废渣废水不易处理,造成环境问题。所以,因此需要实时监控矿浆中氰根浓度,以便随时掌握氰化物的消耗情况,及时补加氰化物,使金溶处于适宜状态,降低氰化时间与氰化物的消耗。

[0004] 常规检测氰化物浓度的方法主要是检测溶液中CN<sup>-</sup>的浓度,常用方法有:蒸馏法,硝酸银滴定法,罗丹宁法等。蒸馏法需要的检测时间较长,约1-2个小时,不能达到快速测定的目的,因此不适于过程控制分析;硝酸银法和罗丹宁法都可以在几分钟内快速测定游离CN<sup>-</sup>的浓度,基本原理大致相同,差别之处是滴定终点时溶液显色不同,硝酸银法是显示乳黄色,罗丹宁显示淡红色。

[0005] 但是,硝酸银法和罗丹宁法都只适用于一般组分简单的氧化矿氰化工艺中游离氰根的快速测定,当矿浆中含有能够与银离子发生配合反应或沉淀反应的其它离子成分时,就会对检测结果产生影响,造成无法观察判断滴定终点而检测不准的情况。

[0006] 在含铋金矿氰化浸金过程中,由于辉铋矿(Sb<sub>2</sub>S<sub>3</sub>)在碱性氰化过程中容易发生氧化溶解,因而会产生大量的S<sup>2-</sup>离子进入溶液相,在滴定过程中标准滴定液中的Ag<sup>+</sup>会优先于S<sup>2-</sup>反应生成棕红色沉淀,消耗Ag<sup>+</sup>,这将导致滴定消耗的Ag<sup>+</sup>过多,测出的氰根浓度偏差很大;而且,滴定过程中生产的Ag<sub>2</sub>S沉淀呈棕红色,无论是硝酸银法还是罗丹宁法,后续滴定终点的显色都被遮盖,无法观察滴定终点。

[0007] 如果采用先用硝酸银沉淀硫离子,过滤后再测氰根浓度的方法,由于必须先加入过量的硝酸银,则会造成后续滴加硝酸银滴定液的量减少,从而导致检测结果偏低,而且会大量消耗硝酸银试剂,检测成本大幅上升。

[0008] 现有的氰根浓度检测技术中,针对这一现象没有较好的解决方法。因此寻找一种含铋金矿氰化浸出过程中的氰根浓度测定方法是很有必要的。

### 发明内容

[0009] 为了解决上述问题,本发明实施例提供了一种含铋金矿氰化浸出过程中的氰根浓度测定方法。

[0010] 本发明的目的是这样实现的:

[0011] 一种含铋金矿氰化浸出过程中的氰根浓度测定方法,包括以下步骤:

- [0012] 步骤一、取正在氰化的矿浆,过滤得清液1;
- [0013] 步骤二、向步骤一中得到的清液1中逐步加入固体 $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$ 除去影响滴定的 $\text{S}^{2-}$ ,随着 $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$ 的加入溶液中会先生成 $\text{PbS}$ 灰黑色沉淀,过滤得清液2;
- [0014] 步骤三、向步骤二中得到的清液2中加入过量的固体 $\text{NaOH}$ 生成 $\text{Pb}(\text{OH})_2$ 除去上步中加入的过量的 $\text{Pb}^{2+}$ ,过滤得清液3;
- [0015] 步骤四、取一定量步骤三中得到的清液3,向其中加入氨水,再加入碘化钾,用 $\text{AgNO}_3$ 标准液进行滴定,当溶液中出现浅黄色沉淀时即为滴定终点,记下 $\text{AgNO}_3$ 标准液的消耗量用以计算矿浆中氰根浓度。
- [0016] 优选的,步骤二中 $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$ 过量添加,直至无灰黑色沉淀出现为止。
- [0017] 优选的,步骤三中 $\text{NaOH}$ 过量添加,直至无白色沉淀出现为止。
- [0018] 本发明实施例的有益效果为:本发明通过使用过量的 $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$ 除去矿浆中影响滴定的 $\text{S}^{2-}$ ,之后加入过量的 $\text{NaOH}$ 除去影响 $\text{KI}$ 指示剂的 $\text{Pb}^{2+}$ ,经过这两步操作之后可消除杂原子对于氰化滴定的影响,可实现氰根浓度的实时监控。

## 附图说明

- [0019] 图1为本发明提供的含铋金矿氰化浸出过程中的氰根浓度测定方法的流程图。

## 具体实施方式

[0020] 下面将结合发明实施例,对本发明实施例中的技术方案进行清楚、完整地描述,显然,所描述的实施例仅仅是本发明一部分实施例,而不是全部的实施例。基于本发明中的实施例,本领域普通技术人员在没有做出创造性劳动前提下所获得的所有其他实施例,都属于本发明保护的范围。

[0021] 如图1所示,一种含铋金矿氰化浸出过程中的氰根浓度测定方法,包括以下步骤:

[0022] 步骤一、取50ml正在氰化的矿浆,过滤得清液1;

[0023] 步骤二、向步骤一得到的清液1中逐步加入固体 $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$ 除去影响滴定的 $\text{S}^{2-}$ ,随着 $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$ 的加入溶液中会先生成灰黑色 $\text{PbS}$ 沉淀,过量加入 $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$ 生成白色 $\text{Pb}(\text{OH})_2$ 沉淀,过滤得清液2;

[0024] 已知 $K_{\text{sp}}(\text{PbS}) = 9 \times 10^{-29}$ ,  $K_{\text{sp}}(\text{Pb}(\text{OH})_2) = 1 \times 10^{-16}$ ,由此可知当矿浆 $\text{pH} = 11$ 时,此时 $C_{(\text{OH}^-)} = 0.001 \text{ mol/L}$ ,若此时形成 $\text{Pb}(\text{OH})_2$ 沉淀,则 $C_{(\text{Pb}^{2+})} = 1 \times 10^{-10} \text{ mol/L}$ ,溶液中 $C_{(\text{S}^{2-})} = 9 \times 10^{-19} \text{ mol/L}$ ,可视为完全去除。此时溶液中发生:

[0025]  $\text{Pb}^{2+} + \text{S}^{2-} \rightarrow \text{PbS} \downarrow$   $\text{Pb}^{2+} + 2\text{OH}^- \rightarrow \text{Pb}(\text{OH})_2 \downarrow$  步骤三、向步骤二得到的清液2中加入过量的固体 $\text{NaOH}$ 生成 $\text{Pb}(\text{OH})_2$ 除去上步中加入的过量的 $\text{Pb}^{2+}$ ,过滤得清液3;

[0026] 步骤四、取10ml步骤三得到的清液3,向其中加入5滴1:1浓度的氨水,再加5滴5%碘化钾,用质量浓度为 $1.734 \times 10^{-3} \text{ g/ml}$ 的 $\text{AgNO}_3$ 标准液进行滴定,当溶液中出现浅黄色沉淀时即为滴定终点,记下 $\text{AgNO}_3$ 标准液的消耗量用以计算矿浆中氰根浓度。

[0027] 已知 $K_{\text{sp}}(\text{AgI}) = 8.3 \times 10^{-17}$ ,  $K_{\text{稳}}(\text{Ag}(\text{CN})_2^-) = 1.26 \times 10^{21}$ ,可知随着的 $\text{AgNO}_3$ 逐滴加入,此时如下反应:

[0028]  $\text{Ag}^+ + 2\text{CN}^- \rightarrow \text{Ag}(\text{CN})_2^-$   $\text{Ag}^+ + \text{I}^- \rightarrow \text{AgI} \downarrow$

[0029] 随着 $\text{AgNO}_3$ 标准液的加入, $\text{Ag}^+$ 首先与 $\text{CN}^-$ 发生络合反应生成 $\text{Ag}(\text{CN})_2^-$ ,当 $\text{CN}^-$ 消耗完时, $\text{Ag}^+$ 与 $\text{I}^-$ 结合生成 $\text{AgI}$ 沉淀,达到滴定终点。

[0030] 已知向10ml清液3中加入了5滴5%碘化钾,可大致估算溶液中 $C_{(\text{I}^-)}=0.0075\text{mol/L}$ ,故溶液中 $C_{(\text{Ag}^+)}>1.107\times 10^{-14}\text{mol/L}$ 时就会有沉淀生成达到滴定终点。

[0031] 已知取了10ml清液3, $\text{AgNO}_3$ 标准液质量浓度为 $1.734\times 10^{-3}\text{g/ml}$ ,若消耗了8ml的 $\text{AgNO}_3$ 标准液,则此时溶液中氰化钠质量浓度可通过下式进行计算。

[0032] 氰化钠质量浓度= $\text{AgNO}_3$ 质量浓度 $\times \text{AgNO}_3$ 消耗体积/相对分子质量 $\times 2 \times$ 氰化钠相对分子质量/清液体积 $\times 100\%=1.734\times 10^{-3}\times 8/170\times 2\times 49/10=0.0008\text{g/ml}$ 。

[0033] 对比实验

[0034] 对比组试验设置4组,均按如下方法进行:先将含铈金矿磨细至-200目90%以上,然后调节矿浆质量浓度为40%,加入烧碱调节矿pH值在10-11之间,然后,氧化搅拌2-3小时,此时矿浆中已经溶解有大量 $\text{S}^{2-}$ 离子,然后加入一定量的氰化物,搅拌20-30秒,立即取样过滤,可得氰化溶液。

[0035] 对比计算方法:根据含铈金矿的比重、矿浆质量浓度、矿浆体积和加入的氰化物质质量,可计算得出该氰化溶液中氰根的理论质量浓度。

[0036] 实验组试验共4组,分别与4组对比试验一一对应,即为4个实施例:对不同含铈金矿进行氰化浸出试验,浸出过程中去浸出液按本发明方法分析其中氰根含量,并与理论氰根含量进行对比。

实施例	含铈金矿参数	实验组: 本发明方法 测定氰根浓度	对比组: 理论氰 根浓度
1	铈含量: 8.03 % 金含量: 2.56 g/t	1.54 mg/l	1.56 mg/l
2	铈含量: 12.32 % 金含量: 3.35 g/t	12.82 mg/l	12.85 mg/l
3	铈含量: 1.76 % 金含量: 5.54 g/t	50.22 mg/l	50.24 mg/l
4	铈含量: 0.64% 金含量: 7.81 g/t	104.45 mg/l	104.56 mg/l

[0037] 表1

[0038] 分析对比结果如下:由表1对比结果可知,在不同含铈金矿和氰根浓度情况下,本发明方法测定的氰根浓度值与理论氰根含量基本一致,误差极小,说明该方法具有很好的

适应性和准确性。

[0040] 最后应说明的是：以上所述仅为本发明的优选实施例而已，并不用于限制本发明，尽管参照前述实施例对本发明进行了详细的说明，对于本领域的技术人员来说，其依然可以对前述各实施例所记载的技术方案进行修改，或者对其中部分技术特征进行等同替换，凡在本发明的精神和原则之内，所作的任何修改、等同替换、改进等，均应包含在本发明的保护范围之内。

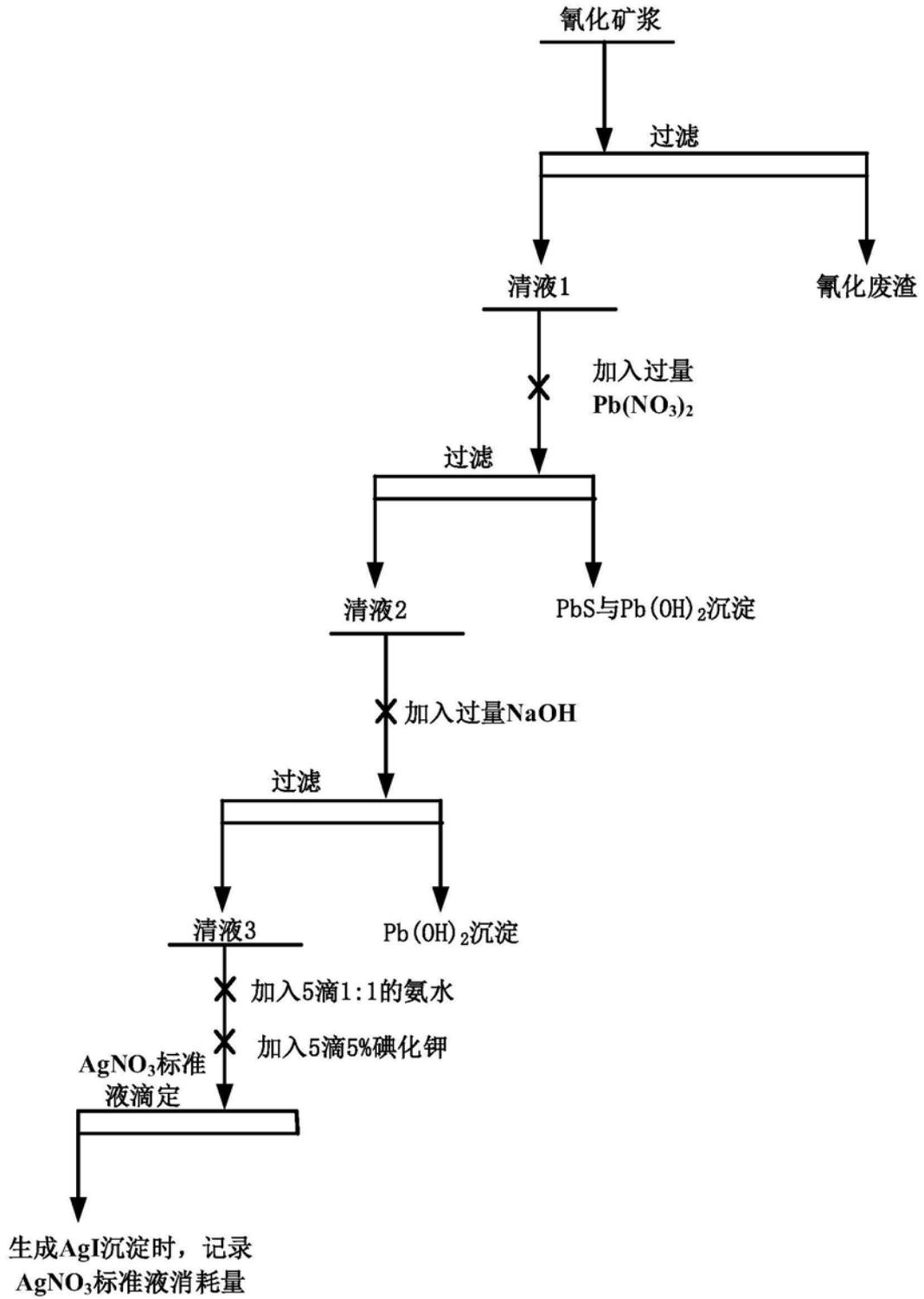


图1