

АТОМНО-АБСОРБЦИОННОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ
ПЛАТИНЫ, ПАЛЛАДИЯ И СЕРЕБРА
В ГЕОЛОГИЧЕСКИХ ОБРАЗЦАХ
СУЛЬФИДНО-НИКЕЛЕВЫХ РУД

Ф.А.Чмиленко, Т.М. Деркач, Л.А. Носова, Э.Г. Ковырева

Розроблено комплекс методик атомно-абсорбційного визначення платини, паладію та срібла в зразках сульфідно-нікелевих руд. Оптимізовані параметри полум'яного та електротермічного варіантів атомно-абсорбційного аналізу.

Ключові слова: платина, паладій, срібло, атомна абсорбція, електротермічна та полум'яна атомізація, геологічні зразки

A set of atomic and absorption techniques to determine platinum, palladium and argentum content in sulfide-nickel ores is proposed. Parameters of flaming and unflaming variants of atomic-absorption analyses were optimized.

Key words: platinum, palladium, argentum, atomic and absorption, electrothermal and flaming atomization, geological samples

В связи с открытием перспективных месторождений благородных металлов в Среднем Приднепровье, Донбассе и Побужье возникла потребность в разработке экспрессных, селективных и точных методов анализа этих элементов в сложных по минеральному и химическому составу геологических объектах.

Аналитическая химия благородных металлов располагает широким спектром химических, физико-химических и физических методов определения [1]. Для анализа проб, содержащих микроколичества металлов платиновой группы, широко применяют метод атомно-абсорбционной спектроскопии (ААС). По величине погрешности определения больших концентраций благородных металлов атомно-абсорбционные методы уступают титриметрическим и гравиметрическим. Однако весовые методы

малоспецифичны для платиновых металлов, и их применение требует предварительного химического разделения определяемых элементов [2]. Большинство титриметрических методов связано со сложными схемами выделения платиновых металлов, что делает их трудоемкими и малопродуктивными, особенно для проб с малыми содержаниями. В радиохимических методах неизбежно использование сложного, дорогостоящего оборудования; при этом требуется предварительное выделение и радиохимическая очистка элементов. Эмиссионные спектральные методы значительно уступают атомно-абсорбционным по границам обнаружения благородных металлов и воспроизводимости результатов [3]. Возможность определения достаточно низких концентраций благородных металлов, которые присущи геологическим пробам, выдвигает атомноабсорбционный анализ (ААА) на ведущее место.

Выбор метода разложения пробы и точность ААА зависит от ряда факторов: химического состава макроосновы, присутствия редких и рассеянных элементов (селена, теллура и др.), соотношения благородных металлов, представительности навески.

В работе изучены особенности растворения сульфидно-никелевых руд, разработаны универсальные методы кислотного разложения. Для полного перевода пробы в раствор использовали смесь кислот: фтористоводородной, хлористоводородной и азотной в соотношении 1:1:1.

Навеску (1-5 г) сульфидно-никелевой руды перед кислотным разложением подвергали окислительному обжигу в муфельной печи. При обжиге в течение 1 час при $t=600^{\circ}\text{C}$ удаляются сера и углистое вещество, разрушаются некоторые платиносодержащие минералы [4]. После кислотного термического разложения нерастворившуюся часть отделяли через беззольный фильтр «синяя лента». Определение элементов проводили из аликвотной части раствора.

Атомно-абсорбционное определение проводили на спектрофотометре «Сатурн-ЗП-1» по резонансным линиям с использованием обедненного пламени ацетилен-воздух с дейтериевым корректором фона. Экспериментально подобраны оптимальные условия атомно-абсорбционного определения элемен-

тов в пламенном варианте и в графитовой печи атомизатора «Графит-2».

Линейность градуировочных графиков в пламенном варианте соблюдалась для платины в интервале 5-40 мкг/мл, для палладия - 1-10 мкг/мл. Для электротермического атомизатора «Графит-2» установлены температурно-временные параметры на всех стадиях термической обработки. Интервалы линейности градуировочных графиков в непламенном варианте составили, мкг/мл: от 0,10 до 1,00 для платины и от 0,05 до 0,50 для палладия. Для электротермического определения в работе использовали как обычную графитовую печь, так и печь с пиролитическим покрытием. В обоих случаях получены максимальные аналитические сигналы с близкими температурами атомизации. Однако печи с покрытием оказались предпочтительнее, т.к. результаты, полученные в них, характеризовались, лучшей воспроизводимостью и низкой чувствительностью.

Экспериментально полученные условия для атомно-абсорбционного определения платины и палладия приведены в таблице 1.

Условия атомизации исследуемых элементов в комплексе «Графит-2» спектрофотометра «Сатурн-ЗП1» приведены в табл.2.

При определении платины и палладия было замечено влияние «третьих» компонентов. Наличие больших избытков железа, никеля, меди, сильных минеральных кислот, а также совместное присутствие металлов платиновой группы оказывает депрессирующее влияние на поглощение платины. Использование дейтериевого корректора фона и применение приема разбавления разной кратности определенным растворителем (0,2 М HNO_3 , 0,2 М HCl и бидистиллированной воды), а также метод добавок позволили практически устранить влияние основы.

Методики определения платины и палладия апробированы на стандартных образцах геологических пород.

Таблица 1

Условия атомно-абсорбционного определения
платины и палладия.

Прибор	Элемент	Длина волны, нм	Щель монохр., мм	Ток лампы, мА	Расход газов, л/ч	
					C ₂ H ₂	Воздух
Сатурн-ЗП-1	Pt	265,9	0,1	10	103	960
Сатурн-ЗП-1	Pd	247,6	0,1	10	62	980

Таблица 2.

Режимы атомизации платины и палладия

Название прибора	Стадия	Температура, °С		Время выдержки, с		Скорость подъема тем-ры, °С/с		Примечание
		Pt	Pd	Pt	Pd	Pt	Pd	
ЭТА «Графит-2»	элемент	Pt	Pd	Pt	Pd	Pt	Pd	«Газ- стоп»
	сушка I	60	70	20	25	60.0	70.0	
	сушка II	60	70	25	25	2.4	2.3	
	озоление I	1400	1300	10	15	118.0	46.4	
	озоление II	2300	1700	5	5	900.0	400.0	
	атомизация	2900	2500	5	5	500.0	800.0	

БИБЛИОГРАФИЧЕСКИЕ ССЫЛКИ

1. Бимиш Ф. Аналитическая химия благородных металлов. М.: Мир, 1969. 4.2. - 399 с.
2. Гинзбург С.И. Руководство по химическому анализу платиновых металлов и золота. М.: Наука, 1965. - 314 с.
3. Пятницкий И.В., Сухан В.В. Аналитическая химия серебра. М.: Наука, 1975. -.264 с.
4. Столярова И.Л., Филатова М.П. Атомно-абсорбционная спектрометрия при анализе минерального сырья. М.: Химия. 1981.- 290 с.