

ОПРЕДЕЛЕНИЕ ЭЛЕМЕНТОВ ПЛАТИНОВОЙ ГРУППЫ И ЗОЛОТА В СУЛЬФИДНЫХ РУДАХ МЕТОДОМ АТОМНО-АБСОРБЦИОННОЙ СПЕКТРОМЕТРИИ С ЭЛЕКТРОТЕРМИЧЕСКОЙ АТОМИЗАЦИЕЙ

Е. О. Заборницына, Н. В. Чередниченко, Н. Г. Солошенко, О. А. Березикова

Институт геологии и геохимии УрО РАН, г. Екатеринбург

Многообразие сфер использования благородных металлов определяет постоянный рост их добычи. Требуется разведка новых месторождений, а, следовательно, остро встает задача определения элементов платиновой группы (ЭПГ) в геологических объектах. Данная задача осложняется тем, что минералы ЭПГ не образуют собственных месторождений, а преимущественно вкраплены в основные рудообразующие сульфидные минералы меди, никеля, железа, в которых их содержание обычно варьирует от 0.001 до 1 г/т. Для определения следовых количеств требуется применение аналитических методов с очень низкими пределами обнаружения и высокой точностью. При анализе геологических объектов на содержание ЭПГ и золота распространены атомно-абсорбционные методы и методы масс-спектрометрии с индуктивно связанной плазмой.

Цель работы – обоснование методики количественного определения палладия, платины, золота в рудных сульфидах методом атомно-абсорбционной спектрометрии с электротермической атомизацией.

Объекты, оборудование и методы исследования. Изучен ряд проб сульфидных руд, включающих в себя сернистые, селенистые, теллуристые, мышьяковистые и сурьмянистые соединения металлов; в их состав входят также кварц, кальцит, иногда барит, слюды и другие минералы; в качестве примесей присутствуют Pt, Au, Ag, In и др. Использовались два метода вскрытия руд – автоклавное и микроволновое по методикам, описанным в [Чередниченко и др., 2009]. Анализ выполнялся на спектрометре высокого разрешения с непрерывным источником спектра ContrAA 700 фирмы Analytik Jena. При отработке методики использовались стандартные солянокислые 1% растворы определяемых элементов с концентрацией Pd и Pt 50 мкг/дм³, Au 30 мкг/дм³, приготовленные разбавлением из ГСО и МСО состава раствора.

Результаты и обсуждение. На примере пробы с известным содержанием Pd сопоставлены два метода вскрытия сульфидных руд – автоклавное и микроволновое; установлено, что оптимальным является микроволновое разложение в HCl, HNO₃, HF; при этом достигается наиболее полное разложение исследуемого материала при одинаковом расходе реагентов и за меньшее время. Исследованы особенности стадий высушивания пробы, пиролиза и атомизации проб сульфидных руд; оптимизированы температурно-временные программы для определения каждого аналита (Pd, Pt, Au) в данном типе образцов; изучено влияние концентрации кислот HNO₃ и HCl на аналитический сигнал каждого элемента; выбран уровень оптимальной кислотности для их определения. Установлено, что для определения Pd, Pt, Au лучше всего применять солянокислые растворы с кислотностью 1–3%. Исследовано влияние Fe, Ni, Cu, Al, K на значение аналитического сигнала определяемых элементов; установлено, что модельная смесь мешающих компонентов (Fe, Ni, Cu, Al, K) уже при концентрации компонента в растворе 1 мг/дм³ оказывает существенное депрессирующее влияние на сигнал абсорбции аналита. Сделан вывод, что перед приборным определением необходима стадия концентрирования определяемых элементов и отделения их от матрицы (на этом этапе использовалась методика, разработанная ранее для разделения и концентрирования Re, Ru, Pt, Ir, Pd из солянокислых растворов (1н) с использованием сорбента Dowex 1x8). Показано, что Au извлекается вместе с Pt концентрированной азотной кислотой; степень выхода анализируемых компонентов составляет 80–90%. С применением стандартных растворов определяемых элементов оценены метрологические характеристики методики (табл.) и

пределы обнаружения Pd и Au на спектрометре ContrAA 700: для Pd он составляет 0.22 мкг/дм³, для Au – 0.14 мкг/дм³. Высокое разрешение и особенности схемы регистрации в спектрометре ContrAA700 с источником сплошного спектра позволили добиться лучшей чувствительности по сравнению со стандартно-используемыми атомно-абсорбционными спектрометрами типа AAnalyst 800 и др.

Таблица

Метрологические характеристики методики

Компонент	Диапазон измерений, %	Показатель повторяемости σ_r , %	Показатель воспроизводимости σ_R , %	Показатель правильности $\pm\Delta_c$, %	Показатель точности $\pm\Delta$, %
Au	0.0001–0.001	0.20	1.9	3.8	5.2
Pt	0.0001–0.001	0.17	2.2	3.2	5.8
Pd	0.0001–0.001	0.18	1.4	3.6	4.6

По итогам работы составлена пропись методики атомно-абсорбционного определения (с электротермической атомизацией) массовых долей золота, платины и палладия в сульфидных рудах. За счет высокой разрешающей способности спектрометра, а также предварительного разделения и концентрирования элементов разработанная методика анализа позволяет снизить погрешность при определении благородных металлов и выйти на уровень определяемых концентраций в пробах 0.001–0.01 г/т.

Работа выполнена в рамках программы Президиума РАН № 23 «Научные основы инновационных энергоресурсосберегающих экологически безопасных технологий оценки и освоения природных и техногенных ресурсов», а также в рамках интеграционной программы УрО РАН «Состав, структура и физика радиационно-термических эффектов в фосфатных и силикатных минералах и стеклах», при поддержке грантов РФФИ № 09-05-00513 и 10-05-00326.

Литература

Чердниченко Н. В., Березикова О. А., Дерюгина Л. К., Солошенко Н. Г., Вотяков С. Л. Опыт работы с современными микроволновыми системами разложения геологических материалов. Минералы: строение, свойства, методы исследования // Мат-лы Всеросс. молодежной науч. конф. Миасс: ИМин УрО РАН, 2009. С. 259–261.

ASpect CS Software for HR – CS AAS. Analytik Jena. 2008. 191 p.

Юделевич И. Г., Старцева Е. А. Атомно-абсорбционное определение благородных металлов. Новосибирск: Наука, 1981. 160 с.

Farago M. E., Parsons P. J. Determination of Platinum, Palladium and Rhodium by Atomic – absorption Spectroscopy with Electrothermal Atomisation // Analyst. 1982. P. 1218–1228.