

микроконцентраций анионов в химических соединениях платиновых металлов.

Наряду с выполнением плановых аналитических работ, сотрудники ЦАЛ проводят большую работу по аналитическому обеспечению поисковых и исследовательских работ, по разработке новых методик анализа, а также по снижению расхода благородных металлов в аналитическом процессе.

2.13. ОПЫТ ОПРЕДЕЛЕНИЯ ПЛАТИНОВЫХ МЕТАЛЛОВ В ЗОЛОТОРУДНОМ МИНЕРАЛЬНОМ СЫРЬЕ

Колпакова Н.А., Коробейников А. Ф., Пшеничкин А.Я.
Томский политехнический университет, 634050, РФ, г. Томск, просп. Ленина, 30, nak@anchem.chtd.tpu.ru

Выявление новых источников платиnorodного сырья и надежность подсчета запаса платиновых металлов находятся в прямой зависимости от степени чувствительности и точности аналитических методов, а также от экономических показателей их применения.

В Томском политехническом университете создан геолого-аналитический центр, который занимается геолого-геохимическими исследованиями по распространенности платиновых металлов во многих золоторудных полях и месторождениях ряда регионов Сибири и Северо-Восточного Казахстана. Геохимические исследования проводятся нами уже более двадцати лет.

В качестве аналитических методов применяли метод инверсионной вольтамперометрии (ИВ) и метод рентгенофлуоресцентного анализа РФА. Разработанные нами методики анализа позволяют определять все платиновые металлы (Pt, Pd, Rh, Ir, Ru и Os), а также серебро и золото в рудах и породах различного состава.

Использование приемов электроконцентрирования платиновых металлов в сплавах с другими металлами (Pt-Hg, Rh-Hg.), химических и физических методов воздействия на аналитическую пробу (УФО), позволяет сделать методики РФА и ИВ-определения платиновых металлов достаточно селективными для определения в рудах и породах.

Платиновые металлы на стадии пробоподготовки отделяли при помощи группового или индивидуального концентрирования.

Концентрирование осуществляли двумя способами: удалением матрицы неблагородных компонентов пробы или выделением отдельного элемента. Концентрирование группы платиновых металлов (Pt, Pd, Au и Ag) проводилось путем сорбции их из анализируемых растворов, образующихся после растворения руды с последующим УФ облучением, на активированном угле АУ. Содержание компонентов на сорбенте определяли методом РФА. Разработаны приемы выделения отдельных компонентов из растворов после разложения руды с последующим определением этих компонентов методом ИВ.

Присутствие больших избытков золота и серебра, по сравнению с содержанием платиновых металлов, вносит свои особенности в методику определения платиноидов методом ИВ. С целью устранения мешающего влияния золота на определение Pt, Pd, Rh использован фотохимический метод восстановления золота(III) железом(II). Железо(II) генерировалось в анализируемом растворе из железа(III) под действием УФ - облучения. Для устранения мешающего влияния ионов железа(II) на процесс электроокисления электролитических осадков, содержащих платину, палладий или родий, использовали метод переноса электрода в чистый фоновый электролит после проведения стадии предварительного электролиза. Введение дополнительной операции УФ - облучения перед проведением электролиза для устранения мешающего влияния золота(III) незначительно увеличивает время ИВ – определения ионов, но позволяет полностью устранить мешающее влияние даже тысячекратных избытков ионов золота в анализируемом растворе.

Определение осмия проводили как методом ИВ, так и методом ВА из сернокислых растворов, содержащих пероксид водорода после дистилляции осмия из матрицы пробы. В присутствии пероксида водорода на вольтамперной кривой наблюдаются «обратные» пики, пропорциональные содержанию тетраоксида осмия в анализируемом растворе (метод Кин-ИВ).

Правильность определений платиновых металлов в пробах проверяли путем систематического проведения внутреннего контроля результатов анализа и сравнения с данными других методов анализа этих же проб. Внутренний контроль показал удовлетворительные результаты: различия в параллельных определениях проанализированных проб не превышали 12 - 40%. Внешним контрольным анализам подвергались пробы различных типов пород и руд, которые выполнялись пробирно-активационным, атомно-абсорбционным, кинетическим, нейтронно-активационным методами.

Контрольным анализам подвергались пробы различных типов руд, которые выполнялись в лабораториях ЦНИГРИ, ИГЕМ (г. Москва), Механобр (г. Санкт-Петербург), ГИ КНЦ (г. Апатиты).

В работе рассмотрены особенности анализа руд черносланцевой формации (углистые сланцы). Если по золоту различия в определении разными лабораториями составляют до 40%, то по Pt и Os они нередко не сопоставимы. Различий в содержаниях Pd в этих пробах разными лабораториями и разными методами не установлено.

2.14. ЭЛЕКТРОХИМИЧЕСКИЕ МЕТОДЫ - ДЛЯ ОПРЕДЕЛЕНИЯ ПЛАТИНОВЫХ МЕТАЛЛОВ (ПМ) И ДЛЯ ИССЛЕДОВАНИЯ РЕДОКС-ПРОЦЕССОВ В РАСТВОРАХ СЛОЖНЫХ КОМПЛЕКСНЫХ СОЕДИНЕНИЙ ПМ

Езерская Н.А., Киселева И.Н.

*Институт общей и неорганической химии им. Н.С.Курнакова РАН,
119991, РФ, Москва, Ленинский пр. 31, ezer@igic.ras.ru*

В докладе кратко охарактеризованы методики электрохимического определения ПМ с помощью полярографии (Hg – Э), прямой и циклической вольтамперометрии (на Pt, СУ-ВДЭ), потенциостатической кулонометрии, предложенные в ИОНХ РАН, а также приведены примеры изучения редокс- процессов, протекающих в растворах некоторых, преимущественно полиядерных, комплексов ПМ, представляющих интерес для технологии, аналитической и координационной химии.

Для полярографического определения (10^{-5} – 10^{-3} моль/л) Pt, Pd, Rh, Ru в промышленных, лекарственных и др. соединениях а также в искусственных смесях использованы волны восстановления соединений ПМ с комплексоами: Pt с EDTA, Rh с EDTA, Rh и Ru с DTPA (по одной полярограмме), Pd и Ru с CDTA (по одной полярограмме)

Предложены высокочувствительные (10^{-9} – 10^{-5} моль/л) методики с использованием каталитических волн водорода (КВВ), возникающих в растворах комплексов с лигандами, способными к протонированию, а именно, растворах комплексов платины с этилендиаминтетраацетатом, в растворах комплексов родия с тиосемикарбазидом и тиокарбазами, комплексов иридия с фурилмонооксимом. Методики применены для анализа бедных