

Секция 3. Теоретические и прикладные аспекты физической и аналитической химии**Список литературы**

1. Stosnach H. Analytical determination of selenium in medical samples, staple food and dietary supplements by means of total reflection X-ray fluorescence spectroscopy // *Spectrochimica Acta – Part B Atomic Spectroscopy*, 2010. – №9–10 (65). – P. 859–863.

ОПРЕДЕЛЕНИЕ СОСТАВА МЕТАЛЛУРГИЧЕСКОГО ШЛАКА КОМПЛЕКСНЫМИ МЕТОДАМИ

А.В. Егошина

Научный руководитель – д.х.н., профессор Н.А. Колпакова

*Национальный исследовательский Томский политехнический университет
634050, Россия, г. Томск, пр. Ленина, 30*

Аффинаж драгоценных металлов – это комплекс металлургических процессов, в результате которых получают благородные металлы (БМ) высокой степени чистоты. Поскольку в аффинаж поступают многокомпонентные материалы необходимо проводить их обогащение с выводом примесных элементов. Одним из способов обогащения является пирометаллургическая плавка.

В ходе пирометаллургического обогащения получают целевой концентрат (сплав) и ряд побочных продуктов. Одним из таких продуктов является шлак, который представляет собой легкоплавкие отходы силикатного типа, которые в процессе плавки отделяются от жидкого металла и скапливаются на его поверхности.

Стоит отметить, что сложный состав шлака, непостоянство состава и большой примесный фон создают серьезные проблемы при качественном и количественном анализе данного продукта. Без правильного и надежного анализа оценить содержание БМ в шлаке сложно, а значит, решения о дальнейшей необходимости в переработке шлака могут быть ошибочными.

В данной работе проводился комплексный анализ образца шлака, который был получен в ходе пирометаллургических операций. В таблице 1 представлены сравнительные результаты определения БМ в пробе шлака, полученные с помощью методов пробирного анализа (ПА) и рентгеноспектрального анализа (РСА). В отличие от ПА, методом РСА удалось детектировать только два элемента из шести: палладий и серебро. Причем данные по этим элементам значительно различаются.

Дальнейшее усовершенствование анализа пробы шлака было связано с переводением БМ в раствор.

Для отделения металлов от пустой породы и перевода их в раствор проводилось растворение шлака в смеси соляной и азотной кислот (царская водка). Полученный раствор и осадок были проанализированы. В осадке не было обнаружено БМ – это говорит о том, что все металлы перешли в раствор.

В таблице 2 представлен сравнительный анализ исходного шлака (метод ПА) и раствора после вскрытия пробы с использованием

Таблица 1. Содержание благородных металлов в шлаке

Метод анализа	Элементы, %					
	Pt	Pd	Rh	Ru	Au	Ag
ПА	0,0004	0,0013	0,0007	0,0014	0,0004	0,0111
РСА	–	0,0110	–	–	–	0,0490

Таблица 2. Результаты определения БМ в пробе шлака после ее растворения

	Элементы, мг					
	Pt	Pd	Rh	Ru	Au	Ag
Найдено в шлаке (ПА)	0,081	0,263	0,141	0,283	0,081	2,243
Найдено в растворе (АЭС-ИСП)	0,103	0	0	0	0,494	3,996
Расхождение, %	27,46	100	100	100	509,88	78,15

метода атомно-эмиссионной спектроскопии с индуктивно-связанной плазмой (АЭС-ИСП). С помощью АЭС-ИСП удалось детектировать элементы Pt, Au и Ag. Остальные элементы ниже предела обнаружения методом АЭС-ИСП. Стоит отметить, что микрограммовые количества БМ, обнаруженные с помощью ПА отличаются от значений, полученных с помощью АЭС-ИСП.

Данные, полученные в результате ПА более корректны по сравнению с данными АЭС-ИСП, потому что для ПА отбирается навеска пробы 100 г, а методом АЭС-ИСП, согласно стандартной методике, анализируются навески массой 0,1–0,2 г. Стоит отметить, что БМ отличаются большой неравномерностью распределения по матрице пробы. Ошибка определения БМ мето-

дом АЭС-ИСП связана так же с высоким содержанием в растворе натрия (до 10 г/л).

Расхождение данных, полученных методами ПА и АЭС-ИСП, показывает, что из-за многокомпонентной матрицы шлама и низких количеств БМ в пробе получить количественный анализ содержания БМ без отделения БМ от матрицы пробы крайне сложно.

В работе рассматривается возможность выделения БМ из матрицы пробы и использование для анализа на БМ метода инверсионной вольтамперометрии (ИВА). Метод ИВА позволяет определять БМ в растворах с высоким солевым фоном. Поэтому можно выбирать навеску для анализа 1–5 г.

ОПРЕДЕЛЕНИЕ ЛАНТАНА (III) С АРСЕНАЗО III ПОСЛЕ ОСАЖДЕНИЯ АЛКИЛБЕНЗОЛСУЛЬФОКИСЛОТой ИЗ КИСЛЫХ СРЕД

С.А. Заболотных

Научный руководитель – д.х.н., с.н.с. А.Е. Леснов

«Институт технической химии Уральского отделения Российской академии наук»

филиал пермского федерального исследовательского центра

Уральского отделения Российской академии наук

614013, Россия, г. Пермь, ул. Академика Королева, д. 3, zabolotsveta@mail.ru

Спектрофотометрический анализ является одним из наиболее часто применяемых методов для определения РЗЭ в различных образцах. Метод позволяет устанавливать содержание РЗЭ с необходимой точностью, используя относительно недорогое и доступное оборудование. В качестве реагента для спектрофотометрического определения РЗЭ используют арсеназо III.

Для осаждения La(III) из кислых растворов в качестве реагента предложено анионогенное ПАВ алкилбензолсульфокислота (АБСК, общая формула $C_nH_{2n+1}C_6H_4SO_3H$, где $n = 10-14$). В процессах разделения и концентрирования АБСК используется в качестве компонента расслаивающихся систем в экстракции [1], и как пенообразователь в обогатительной флотации [2].

Остаточное содержание ПАВ в растворах после осаждения может оказывать значительное влияние на фотометрические характеристики реагентов и их комплексов с металлами при определении [3]. В связи с этим, в работе изучено влияние АБСК, азотной кислоты и этилового спирта на оптические свойства комплекса La(III) с арсеназо III.

Исследования проводили на спектрофотометре СФ-2000 в кюветках с толщиной поглощающего слоя 1 см. В предварительных исследованиях в качестве раствора сравнения использовали воду, при построении градуировочного графика и определении лантана в растворе после осаждения – холостую пробу.

Для построения градуировочного графика в мерные колбы на 25 мл вносили 7–70 мкг La(III); 2,5 мл 0,03%-го раствора реагента; 1,5 мл 0,001 моль/л раствора АБСК, 0,3 мл 0,1 моль/л HNO_3 , 2,5 мл EtOH, разбавляли смесь до метки дистиллированной водой, перемешивали и измеряли оптическую плотность растворов при 653 нм относительно холостой пробы. Результаты определения обрабатывали методом наименьших квадратов.

Максимум светопоглощения раствора La(III) лежит в УФ-области спектра (≈ 205 нм). Максимум светопоглощения раствора арсеназо III находится при 540 нм, комплекса с La(III) – при 612 и 653 нм [4].

В присутствии HNO_3 (содержание в пробе 0,01 моль/л и выше) комплекс металла с ре-