сгорождення Австралии. В кн.: Проблемы геологии и полезных ископаемых на XXV сессии международного геологического конгресса. -М: Наука. 1979.- с.213-239.'
9. Свешникова Е.В. Магматические комплексы центрального типа. - М.: Недра, 1973.- 184с.
10. Тюрнор Ф.С. Мсталлогенические провинции и эпохи. В кн.: Проблемы рудных месторождений. -М.: Иностр. лит., 1959.- с.34-93.
11. Щеглов А.Д. Металлогения областей автономной активизации. - Л.: Недра, 1968.- 180 с.
12. Black R. Sur la signification petrogenetique de la decouverte d anortosites associecs aux complexes annalaires subvolcaniques du Niger. * CR Acad. Sci." Paris, t. 260, N 22,1965, p. 5829-5832.
13. Holmes A., Cahen L. Geochronologie africaine. - Mem. Acad. Roi. sci. colon. Cl. natur. et med., nouv. set, 1957, 5 fasc. 1, p. 1-169,
14. Raulais M. Esquisse géologique sur le massif cristallin de l'air. Bull. Soc. geol. Fr., tl, scr. 7, 1959.
15. VarlamoiTN. Les phenomenes de greisenification, d'albitisation et de lepidolitisation et leurs relations spotiales avec les granités et les pegmatites granitiques d'Afrique.- Ann. Soc. geol. Belg., 1963,86, Bull., N 5, p. 285-322.

Рекомендовано до публікації д. г. н. В.М. Нагорным 11 березня 1999 р

УДК 543.070

Ф.А. Чмиленко, Т.М. Деркач, С.Е. Поповченко

АНАЛИЗ ПРОБ ГЕОЛОГИЧЕСКОЙ РАЗВЕДКИ НА СОДЕРЖАНИЕ ПЛАТИНЫ, ПАЛЛАДИЯ, ЗОЛОТА И СЕРЕБРА МЕТОДАМИ АТОМНОЙ АБСОРБЦИИ

Вжита спроба інтенсифікувати стадію пробопідготовки зразків до атомно-абсорбційного визначення впливом на подрібнені проби руд, що містять золото, срібло, платину та паладій, низькотемпературною нерівноважною плазмою, використання такого впливу дасть позитивний ефект для збільшення ступеня розтинання "завзятих" порід для повного розкладу зразків. Крім того, обробка нерівноважною плазмою дасть можливість зменшити кількість хімічних реагентів, працювати з кислотами, що менш концентровані, та зменшиш час розчинення зразків.

Предпринята попытка интенсифицировать стадию пробоподготовки образцов к атомно-абсорбционному определению воздействием на измельченные пробы золото-, серебро-, платано- и палладий- содержащих руд низкотемпературной неравновесной плазмой, использование такого воздействия дает положительный эффект для увеличения степени вскрытия "упорных" пород для полного разложения образцов. Кроме того, обработка неравновесной плазмой дает возможность уменьшить количество химических реагентов, работать с менее концентрированными кислотами и уменьшить время растворения образцов.

The attempt was undertaken to intensify stage sample preparation is model to atomic-absorption to definition by effect on the granulated samples gold, silver, platinum- and palladium of inclusive ores by cold non-equilibrium plasma, usage of such effect gives positive effect for increase of a degree of exposure of "persistent" rocks for full disintegrating is model. Besides the processing by non-equilibrium plasma enables to reduce quantity of chemical reactants, to work with less concentrated acids and to reduce time of dissolution is model.

Многообразие типов руд и различие форм нахождения в них платиновых металлов вызывает большие сложности при проведении анализа пород. Особые трудности вызывают пробы геологоразведки, которые часто ограничены общей массой и их необходимо анализировать на нижнем уровне содержания 0,001 г/г. Многочисленные комбинированные методы атомно-абсорбционного определения Pt и Pd позволяют с достаточной точностью и с требуемым пределом обнаружения решать конкретные аналитические задачи. При этом на стадию подготовки проб к анализу затрачивается более 90 % времени всего аналитического процесса. Кроме того, при анализе сложных объектов, к которым относятся геологические образцы, БЧ и Рб определяют по методу добавок из-за многочисленных матричных эффектов, а использование такого приема сопряжено с большой затратой времени и реактивов, а также требует тщательного учета всех неселективных спектральных помех

Ранее была показана возможность применения плазмохимической обработки на стадии пробоподготовки при атомно-абсорбционном анализе технологических растворов после цианистого выщелачивания руд [1]. Известно применение сверхвысокочастотного плазмотрона в качестве атомизатора порошковых проб, который генерирует поток воздушной плазмы мощностью 2,5 кВт и скоростью 20 м/с для анализа Au и Ag [2]. Авторами работы [3] предложено проводить хлорирование образцов в плазме, образуемой сверхвысокочастотным (СВЧ) электромагнитным полем в газовом потоке, содержащем 20-30 % инертного газа и 70-80 % Cl, в результате чего происходит выделение Pt и Pd в виде летучих хлоридов (или других соединений с Cl) и перенос их в ловушку с раствором с частичной конденсацией на стенках кварцевой трубки. Использование физического воздействия (ультразвука, СВЧ-плазмы и т.д.) в аналитической химии в настоящее время считается перспективным [4]. Однако для непосредственной обработки образцов геологических пород с целью интенсификации разложения или выделения микроэлементов низкотемпературная неравновесная плазма пониженного давления ранее не применялась.

Нами предпринята попытка интенсифицировать стадию пробоподготовки образцов к атомноабсорбционному определению воздействием на измельченные пробы золото-, серебро-, платано- и палладийсодержащих руд низкотемпературной неравновесной плазмой. Использование такого воздействия дает положительный эффект для увеличения степени вскрытия "упорных" пород.

Навеску измельченной сульфидно-никелевой руды массой 2,5 г, предварительно прокаленной при 700°С в течение 1ч, помещали в кварцевый стаканчик, добавляли определенный объем разбавленной кислоты (смесь соляной и азотной), устанавливали в термостатированный реактор

(зазор заполняли дистиллированной водой для лучшего теплообмена). Через патрубки в крышке производили откачку газовой фазы и вводили электроды. Один электрод из стали 12Х18Н10Т располагали над поверхностью жидкости на расстоянии 5мм, другой - модифицированный платиновый электрод, опускали в жидкость на глубину до 1см, создавали давление в системе $1x10^4$ Па и зажигали плазму при силе тока 50мА Время обработки составляло 10 мин, общее время вскрытия (обработка плазмой и кипячение) – 60 мин. Обработку плазмой проводили по схемам: I -10мин обработки плазмой + 50мин кипячения; 2 - 25мин кипячения + 10мин обработки плазмой + 25мин кипячения; 3 - 50мин кипячения + 10 мин обработки плазмой.

Результаты определения содержания элементов в пробах после разложения с использованием обработки плазмой сравнивали с результатами аналогичных определений в пробе, которую разлагали кипячением в смеси кислот с тем же разбавлением в течение 60 мин, но без обработки плазмой. Обработка разрядом пробы в течение 60 мин в условиях, когда оба электрода находились над поверхностью обрабатываемой жидкости, без кипячения значительных результатов не показала. Результаты вскрытия образцов приведены в табл. 1.

Таблица 1

Содержание элементов в пробах после разложения

Способ разложения	Содержание элементов, мг/л				
	Pd	**Ag**	**Fe**	**Cu**	Ni
кипячение	**2,50**	**0,31**	**4000**	**1075**	**620**
обработка плазмой (схема 1)	**4,55**	**1,00**	**3000**	**1850**	**800**
обработка плазмой (схема II)	**2,55**	**0,30**	**3000**	**1050**	**525**
обработка плазмой (схема Ш)	**2,27**	**0,20**	**1500**	**900**	**430**

Концентрацию элементов в растворах определяли атомно-абсорбционным методом. Пробы анализировали на содержание Pt, Pd, Ag Fe, Cu и Ni. Использовали спектрофотометр "Сатурн-ЗП1 с комплексом для электротермической атомизации 'Графит-2". В качестве источников излучения применяли лампы с полым катодом. Измерения проводили по резонансным линиям для каждого элемента по однолучевой схеме с дейтериевым корректором фона. Серебро определяли в пламени ацетилен-воздух (максимальное поглощение наблюдалось при соотношении горючего газа и окислителя 1:7). Для определения Pd наряду с пламенным вариантом применяли электротермический атомизатор (ЭТА) с графитовыми трубками с пиропокрытием; объем раствора, вносимого в атомизатор - 20мкл. Режим определения: сушка - 50с при 60 - 140°С, предварительная термическая обработка - 20 с при 500°С, озоление 10 с при 1400°С, атомизация - 5 с при 2500°С (режим "газ-стоп"). При анализе в ЭТА для создания изотермических условий атомизации использовали ускоренный разогрев печи, который в "Сатурн-ЗП1' осуществляли на дополнительной стадии перед атомизацией, на которой печь разогревалась до 3900°С за очень короткое время при остановленном потоке Аг. Затем на стадии атомизации происходила перерегулировка так, что пик поглощения появлялся в условиях, когда печь нагревалась до заданной температуры. Такой способ обеспечил большую изотермичность печи, чем испарение аналига с платформы и программированный разогрев с обратной связью по мощности.

Установлено, что в пределах изученных соотношений концентраций влияние на результат атомно-абсорбционного определения палладия наличие больших избытков Fe, Cu, Ni и сильных минеральных кислот может быть учтено при проведении анализа, поскольку оно постоянно в широком диапазоне концентраций названных элементов. Для устранения матричных эффектов использовали разбавление и метод нескольких добавок.

Из данных, приведенных в табл. 1, видно, что проведение вскрытия пробы с использованием плазмы дает существенное преимущество перед простым кипячением, позволяя при этом добиться 90% извлечения Pd и Ag за один час при разложении в "царской водке", разбавленной 1:3.

Интенсификация может достигаться за счет повышения реакционной способности хлора при взаимодействии с плазмой, а также за счет частичного разрушения кристаллической решетки входящих в состав образца минералов при плазмохимическом воздействии. Также по результатам экспериментов показано, что в раствор переходят и другие элементы, то есть обработка низкотемпературной неравновесной плазмой пониженного давления может быть использована не только для вскрытия металлов платиновой группы, но и полного разложения образца.

Таким образом, обработка неравновесной плазмой дает возможность уменьшить количество химических реагентов, работать с менее концентрированными кислотами и уменьшить время растворения образца.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Ф.А. Чмиленко, А. А. Пивоваров, Т.М. Деркач, А Н. Куксенко. Плазмохимическая пробоподготовка в атомно-абсорбционном определении серебра в технологических растворах // Журн. аналит. химии.-1997.- Т.52, №4.-С.352-354.

2. В.Г. Дронов, В.Н. Морозов. Л В. Разин. Атомно-абсорбционный вариант оптического сцинтиляционного анализа геолого-поисковой группы // Журн. аналит. химии.-1991.- Т.46, №8.- С.1601-1604.

3. С.Н. Дмитриев, АЛЗ. Краснов, В.Я. Лебедев, Г.Н. Фролов. Способ вскрытия природных образцов, содержащих благородные металлы. A-C.SU 1816990 A1. СССР, МКИ в 01 № 1/28. - Опубл. 23.05.93. Бюл. Нз 19.

4. Ф.А. Чмиленко, А.Н. Бакланов, Л.П. Сидорова, Ю.М. Пискун. Использование ультразвука в химическом анализе **,** Журн. аналит. химии-1994.- Т.49, №б,- С.550-556.

Рекомендовано до публікації д.г.н. В М. Нагорным
11 березня 1999 р