

Е. Д. Прудников, Е. И. Смылова, Ю. С. Шапкина

НЕПЛАМЕННОЕ АТОМНО-АБСОРБЦИОННОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ МИКРОКОЛИЧЕСТВ ЗОЛОТА В РУДАХ, ПОРОДАХ И МИНЕРАЛАХ

Разработка простых и эффективных методов анализа золота и платиновых металлов представляет большой интерес для поиска месторождений этих элементов и изучения их геохимического поведения.

Атомно-абсорбционная спектроскопия широко применяется при анализе микроколичеств золота, серебра и платиновых металлов [1–4]. Для определения микроколичеств золота в рудах, породах и минералах необходимо привлечение методов концентрирования, и здесь используются пробирная плавка, экстракция и осаждение [3–8]. В настоящей работе были исследованы возможности простых атомизаторов микрозонд – пламя – адаптер и графитовый стержень в воздухе для прямого нахождения следов золота и платиновых металлов, а также для их выявления после коллектирования в свинцовый сплав [5]. Прямые методы анализа позволяют определять золото и платиновые металлы при содержании до 1 г/т, а привлечение метода коллектирования в свинцовый сплав дает возможность снизить пределы обнаружения до 10^{-3} г/т. В данной работе рассмотрены возможности атомизаторов графитовый стержень в воздухе и микрозонд – пламя – адаптер для установления микроколичеств золота после его выделения осаждением в виде комплексных соединений с *para*-диметиламинобензилиденроданином (*p*-ДАБР) [8].

Применяемая аппаратура описана в [9–12]. Электронная схема атомно-абсорбционного спектрометра усовершенствована. В нее встроены микропроцессор, который управляет работой прибора, позволяет проводить электронную обработку аналитического сигнала и выдает результаты анализа на экран компьютера. Атомизаторы графитовый стержень в воздухе и микрозонд – пламя – адаптер обладают близкими чувствительностью измерений (порядка $1 \cdot 10^{-10}$ г) по 1% поглощения и пределами обнаружения на уровне $5 \cdot 10^{-11}$ г. Атомизатор микрозонд – пламя – адаптер имеет меньше влияние мешающих элементов основы и неселективного поглощения. Был применен атомизатор графитовый стержень в воздухе, так как он более экономичен и не требует использования дорогостоящих газов.

Непламенный атомизатор графитовый стержень в воздухе выполнен из графита марки МПГ-6, сечение стержня 2×3 мм, длина 50 мм. Конструкция атомизатора усовершенствована за счет экрана из кварцевого стекла, который закрывает атомизатор снизу и с боков, уменьшает доступ воздуха к раскаленному стержню и позволяет увеличить количество измерений с одним стержнем до 100. Графитовый стержень устанавливается параллельно оптической оси атомно-абсорбционного спектрометра и закрепляется в титановых стойках, к которым подведено напряжение от низковольтного трансформатора. Нагрев стержня осуществляется током до 500 А при напряжении до 12 В. Стержень с пробой располагается непосредственно под пучком просвечивающего излучения от лампы с полым катодом, а собственное излучение стержня экранируется от попадания во входную щель монохроматора с помощью плоского экрана. Температура стержня регулируется подаваемым на стержень напряжением и может достигать 3000°C . Источником просвечивающего излучения служит лампа с полым катодом ЛСП-1.

Методика подготовки проб и концентрирования золота описана в работе [8] и в Инструкции Научного совета по аналитическим методам ВИМС № 199-ХС (Института минерального сырья, М., 1983). Ее достоинством является возможность одновременного определения палладия и серебра. Навеска пробы равна 5–10 г для микроколичеств золота, а для сульфидных руд и минералов – 1–2 г. Нами была предложена также методика микроанализа золота из навески до 0,1 г. Навеску пробы обжигают в фарфоровой посуде в муфельной печи при температуре $500\text{--}600^\circ\text{C}$. Остывшую пробу помещают в чашку из фторопласта или стеклогуглера и разлагают фтористоводородной кислотой с добавлением азотной кислоты. После отгонки плавиковой кислоты пробу обрабатывают царской водкой и дважды соляной кислотой, а остаток растворяют в 20 мл 0,5 н. соляной кислоты.

Совместное концентрирование золота, палладия и серебра проводят при добавлении к раствору пробы 3 мл спиртового раствора *p*-ДАБР с 20 мл 0,1 н. раствора соляной кислоты. Осадок, содержащий золото, палладий и серебро, отфильтровывают и озолотят в кварцевом или фарфоровом тигле при $650\text{--}700^\circ\text{C}$. Время озолотения – около 1 ч. После обработки озолотенной пробы концентрированной соляной кислотой остаток растворяют в 2–3 мл 1 н. соляной кислоты. Для каждой партии проб проводят холостой опыт на анализируемые элементы.

Золото определяют с непламенным графитовым атомизатором стержень в воздухе. Режим измерения включает сушку при 100°C , предварительный нагрев при $200\text{--}300^\circ\text{C}$ и атомизацию при 2500°C .

Достоинствами предлагаемого непламенного атомизатора являются его простота и универсальность, что позволяет установить его на любой атомно-абсорбционный спектрометр. Проба отбирается микрошприцем и наносится сверху на поверхность графитового стержня посередине. Объем пробы для одного измерения составляет 1–20 мкл. Калибровка прибора проводится с использованием стандартных растворов золота при концентрации 0,1–5 мкг/мл. Содержание золота в исследуемых пробах находят по градуировочному графику.

Предел обнаружения золота в природных объектах с атомизатором графитовый стержень в воздухе составляет 0,05 г/т. Для определения до 0,01 г/т золота рекомендуется его экстрагировать метилизобутилкетонем при объеме 1–2 мл. В этом случае геологическая проба наносится на стержень из органической фазы. Полученные результаты приведены в таблице. Одновременно с золотом анализируют палладий и серебро при содержаниях до 0,01 г/т.

**Результаты атомно-абсорбционного определения золота с
непламенным атомизатором графитовый стержень в воздухе**

Проба	Навеска, г	Результаты анализа, г/т	Относительное стандартное отклонение	Аттестованное содержание золота, г/т
РЗС-3	2	0,81	0,10	0,94
		1,00		
		0,83		
		0,88		
		0,97		
РЗС-4	2	0,84	0,05	0,87
		0,88		
		0,88		
ТО-15	2	0,1	0,30	0,20
		0,2		
		0,15		
РЗС-3	0,1	0,88	0,20	0,94
		0,76		
РЗС-4	0,1	0,76	0,20	0,87
		0,73		

Summary

Prudnikov E. D., Smyslova E. I., Shapkina Yu. S. Electrothermal atomic absorption determination of the Au microamounts in the ores, rocks and minerals.

A method of the electrothermal atomic absorption determination of the Au microamounts in the ores, rocks and minerals is proposed. This method includes preliminary gold concentrate by its sedimentation with the *p*-dimethylamino-benzylidenrodamin. Atomic absorption determination of gold in the concentrate is made with an electrothermal atomizer of the graphite rad in the air. The gold detection limit reaches up to 0,01 ppm for the sample weight of 5–10 g, the relative standard deviation is up 0,05–0,1 for gold amounts about 1 ppm. This method may be useful also for the simultaneous determination of palladium and silver microamounts.

Литература

1. Славин У. Атомно-абсорбционная спектроскопия. Л., 1971.
2. Прайс В. Аналитическая атомно-абсорбционная спектроскопия / Пер. с англ.; Под ред. Б. В. Львова. М., 1976.
3. Фишкова Н. Л. Определение платиновых металлов, золота и серебра методом атомно-абсорбционной спектрофотометрии (Обзор) // Журн. аналит. химии. 1974. Т. 29, № 11.
4. Юдлевич И. Г., Старцева Е. А. Экстракционно-атомно-абсорбционные методы определения золота и серебра (Обзор) // Зав. лаборатория. 1981. Т. 47, № 8.
5. Прудников Е. Д., Колосова Л. П., Калачев В. К. и др. Импульсное атомно-абсорбционное определение микроколичеств платиновых металлов, золота и серебра в природных объектах // Журн. аналит. химии. 1978. Т. 33, № 3.
6. Пчелинцева Н. Ф. Экстракционно-атомно-абсорбционное определение золота в горных породах // Журн. аналит. химии. 1984. Т. 39, № 3.
7. Юхин Ю. М., Удалова Т. А., Цимбалист В. Г. Беспламенное атомно-абсорбционное определение благородных металлов с предварительной экстракцией смеси ди-2-этилгексилдитиофосфорной кислоты и *n*-октиланилина // Журн. аналит. химии. 1985. Т. 40, № 5.
8. Назаренко И. И., Кислова И. В. Атомно-абсорбционное определение субмикrogramмовых количеств палладия, серебра и золота в рудах, породах и водах после группового выделения с *n*-диметиламинобензилденроданином // Тез. докл. 11-го Всесоюз. совещания по химии, анализу и технологии благородных металлов. Л., 1979.
9. Прудников Е. Д., Калачев В. К., Шапкина Ю. С. Сравнение аналитических характеристик некоторых непламенных и пламенных импульсных атомизаторов для атомно-абсорбционного анализа // Журн. прикл. спектроскопии. 1977. Т. 26, № 4.
10. Прудников Е. Д., Шапкина Ю. С. Новые возможности адаптера

в атомно-абсорбционной спектрофотометрии микроколичеств элементов // Журн. прикл. спектроскопии. 1981. Т. 35, № 6. **11.** Прудников Е. Д., Шапкина Ю. С. Прямой метод пламенно-спектрометрического определения цветных металлов в порошковых пробах // Вестн. Ленингр. ун-та. Сер. 7: Геология, география. 1991. Вып. 4 (№ 28). **12.** Прудников Е. Д., Шапкина Ю. С. Характеристики ламп с полым катодом в режиме питания импульсными токами переменной величины // Журн. прикл. спектроскопии. 1993. Т. 58, № 5–6.

Статья поступила в редакцию 5 декабря 2003 г.