

Секция: Химические науки

Исатаева Аймира Кемеловна

Л. Н. Гумелев атындағы ЕҰУ магистранты

Астана қ., Қазақстан

Досмагамбетова Сауле Саркантаевна

Л. Н. Гумелев атындағы ЕҰУ х.ғ.дғ, профессор

Астана қ., Қазақстан

АЛТЫН АФФИНАЖЫНЫҢ ЭЛЕКТРОЛИТІ ЦЕЗ ҚҰРАМЫНДАҒЫ АЛТЫН ЖӘНЕ ОҒАН СЕРІКТЕС ЭЛЕМЕНТТЕРДІ ХИМИЯЛЫҚ- АТОМДЫ-АБСОРБЦИЯЛЫҚ АНЫҚТАУ

Сынамалы балқытпадан басқа бөліну әдістері, әдеттегідей қатты сынаманың ерітіндіге айналуын талап етеді, бұл ЭТААС әдісімен кезекті анықтау үшін құрамында асыл металдары бар сынамаларды жіктеудің универсалды әдісі болып табылады. Үлгілерді жіктеу үшін асыл металдарды анықтау кезінде H_2SO_4 , H_3PO_4 , $HClO_4$, HNO_3 тұз қышқылдарының қоспалары қолданылады. Сонымен бірге, алтынның атомдық абсорбция дабылы күмістің HCl 0,12 – 1,2М концентрациясымен 0,12 – 0,36М [1] аралығында шығарылады. [2] шолуында құрамына сынамаларды минералды қышқылдардың қоспасымен өңдеу, сілтілік балқыту және микротолқынды сәулелену әсері кіретін геологиялық материалдарды жіктеудің негізгі әдістері қарастырылған. Шыныда гидролиз және сорбция салдарынан қышқыл ерітінділерден палладийді анықтау кезінде палладийдің жоғалу мүмкіндігі авторлармен көрсетілген [3] және жоғалуларды тоқтату үшін 0,1М тұз қышқылында тиомочевинаны 0,2М ерітіндісін қолдану ұсынылды. Алтын сондай-ақ рН 2-7 диапазонында қышқыл ерітінділерден шынымен және целлюзолалы фильтратпен жұтылуы мүмкін.

Алтынды анықтау үшін кеннің үлгісін HBr ерітеді, ал ерітілмеген тұнбаны ары қарай еріту үшін тигелде Na_2O_2 бірге балқытады. Ұшпалы қосылыстардың шығымдарын болдырмау үшін қысымда [3] жабық автоклавтарда сынамаларды өңдеу мүмкін. ЭТААС әдісімен күмісті және алтынды кезекті анықтаумен СВЧ-пештерде саңылаусыздандырылған сауыттарда 9:5:6 қатынасында ($\text{HCl}:\text{HF}:\text{HNO}_3$) қоспаларында қоқыстардың ерітілуі сипатталған. Жоғары қысым мен температура кезінде автоклавтарда азот және балқытпалы қышқылды қолдану арқылы микротолқынды сәулелену көмегімен үлгілерді жіктеу ұсынылды. Платинаны анықтау үшін алюминий негізінде катализаторлардың жіктелуі фторсутек қышқылын қолдану арқылы жүргізіледі. Ерітіндіде 50мг/мл артық қышқыл болған жағдайда пайда болатын эксафторалюминий қышқылының селективті емес жұтылуын фонды түзетудің техникалық әдістерінің көмегі арқылы ескеру мүмкін емес.

Қысымды және температураны көтерудің және микротолқынды сәулеленудің сынамаларына әсерлерді үйлестіретін, қабылдау үлгілерін жіктеу үшін қолдану басымдылықтары (уақытты үнемдеу және талдаудың метрологиялық сипаттамаларын жақсарту сияқты) бар.

Құрамында алтыны бар кендерді еріту кезінде темірді бөлу әдістері жұмыста [4] сипатталған. Сынама қышқылдар қоспасында ерітіледі, содан кейін коагуляциялану үшін темірді және гидразин дигидрохлоридті тұндыру үшін аммоний гидроксиді қосылады, тұнбабөлінгеннен кейін қайтадан тұз қышқылы қосылады және тұз қышқылынан теллурмен алтынның және палладийдің тұндырылуы жүргізіледі. Күмісті бөлу үшін кеннің кремний құрамдас үлгілерін қыздыру кезінде $\text{HCl}+\text{HF}$ қоспасымен өңдейді, содан кейін күмістің пайда болған хлоридтерін еріту үшін $\text{HNO}_3+\text{HClO}_4$ қоспасын қосады, пештің жемірілу себебі болып табылатын хлор қышқылын жою үшін ерітіндіні буландырады және HNO_3 қосады.

Алтынды, күмісті, платинаны, палладийді бірге анықтау үшін кеннің үлгілерін тигелде 360-440°C температурасында $\text{KNF}_2 + \text{KBrF}_4$ немесе $\text{KNF}_2 + \text{BrF}_3$ қоспасын қосып, содан кейін концентрленген күкірт қышқылы қосылады және фарфор тигелде қыздырылады. Алынған ұсақ дисперсті, бірақ құрамында хлоридтері жоқ сынаманы тікелей графитті атомизаторға енгізеді. Сонымен бірге, калий тетрафтороброматын қолдану әрқашанда тұзды фонды жоғарылатынын көрсетеді, бұл ЭТААС әдісімен асыл металдарды анықтауда кедергілер тудыруы мүмкін.

Осылайша, қолданыстағы әдістемелер негізінде құрамында асыл металдары бар сынамаларды күмісті еріту үшін қосымша реагенттерді қолдану арқылы қышқыл ерітінділерге ауыстыруды жүзеге асырады. Сонымен қатар кедергілердің себебі – газды фазада толығымен жіктелмейтін анықталатын элементтердің газ тәрізді хлоридтерін қалыптастыру. Сынамаларды жіктеу кезінде ілеспелі компоненттерінің хлоридтері мен нитраттары сондай-ақ ЭТААС әдісімен асыл металдарды анықтау кезінде кедергілердің пайда болу себептері болып табылады.

Жіктеудің дәстүрлі әдістері, әдеттегідей сынаманы қышқыл ерітінділерге ауысуын қамтамасыз етеді, бұл атомдық-абсорбциялық спектрометрия әдісін қолдану кезінде шектеуші мәселелер қатарын тудырады. Осылайша, атомдық-абсорбциялық спектрометрия әдісімен анықтау үшін қолайлы, алтынның еритін үлгілерін алу арқылы сынаманы бөлудің экспрессті және универсалды әдісін жасау қажет.

Электртермиялық атомизациясымен атомдық-абсорбциялық спектроскопия (ЭТААС) ең жоғарғы сезгіштігімен ерекшеленеді, $10^{-9} - 10^{-12}$ г. деңгейінде 50 элементтерден артық анықтауға мүмкіндік береді.

Алтын (III)-ті және оған серіктес элементтерді атомдық-абсорбциялық анықтау шарттарын зерттеу. Жіктеудің қолданыстағы әдістері сынамалардың қышқыл ерітінділерге ауысуын қамтамасыз етеді,

жиірек хлоридті, бұл атомдық-абсорбциялық спектрометрияның қолданылуын шектейтін мәселелер қатарын тудырады.

Кезекті атомдық-абсорбциялық анықтау үшін қолайлы, алтынның, күмістің, платинаның, палладийдің еритін формаларын алу арқылы сынама негізін универсалды және экспрессті бөлуді іздестіру қажеттілігімен шартталған.

Зерттеулер нәтижелері негізінде құрылған әдісті алтын және күміс аффинажы өнімдерін талдауда қолдану мүмкіншілігі қарастырылды. Зерттеу нысана ретінде аффинажды зауыттың алтынды аффинаждау электролиттері ЦЭЗ алынды.

1.1 Алтынды аффинаждау электролиттері ЦЭЗ.

1.1.1 Макрокомпоненттерді гравиметриялық анықтау

ЦЭЗ электролитінің құрамындағы макрокомпоненттердің мөлшерін білу мақсатында металл иондарын тұндыру жүргізілді. Тұндыру ЦЭЗ сынамасының 20мл көлемі мен 1М аммиак ерітіндісімен жүргізілді. Зерттеу нәтижелері 1-кестеде көрсетілген.

Кесте 1

Аффинажды зауыттың ЦЭЗ сынамасы құрамындағы макрокомпоненттерді тұндыру нәтижелері

№	pH	Көлем 1 н NH_3 , мл	Бақылау	№	Н	Көлем 1 н NH_3 , мл	Бақылау
1	1,0	0	-	9	5,0	14,2	Өзгеріссіз түссіз ерітінді
2	1,0-2,0	4,9	-	10	5,0-6,0	14,5	Тұну жүрмейді
3	2,0	10,4	-	11	6,0-7,0	15,1	Тұну жүрмейді
4	3,0	12,4	Әлсіз бұлыңғыр сары түсті ерітінді	12	7,0-8,0	16,1	
5	3,0	12,6	Біртіндеп тұну	13	8,0	17,0	Тұну жүрмейді

6	3,0	13,2	Біртіндеп тұну	14	8,0	17,5	Тұну жүрмейді
7	3,0-4,0	13,5	Біртіндеп тұну	15	8,0-9,0	18,0	
8	4,0	14,0	Толық тұну. Темір (III) гидроксидіне сәйкес қызыл-бура түсті тұнба	16	11,0	19,5	Тұну жүрмейді

Тұндырудан кейінгі ерітіндінің көлемін 90 мл-ге жеткізілді. Алынған тұнба кептіріліп, аналитикалық таразыда өлшенді (кесте 2).

Кесте 2

Аффинажды зауыттың сынамасы ЦЕЗ құрамындағы макрокомпоненттерді гравиметриялық анықтау нәтижелері

Қосылыс	Фильтр қағазының массасы, г	Тұнба массасы мен фильтр қағазының массасы, г	Тұнба массасы, г
Темір(III) гидроксиді	0,56230	1,51000	0,94770

2-кестеден ден көріп тұрғанымыздай толық тұну рН 3-4 интервалында жүреді, рН 5 кезінде ертінді түссіз. рН мәнінің әрі қарай артуы ерітіндінің өзгерісіне әкелмейді. Жоғарыда көрсетілген рН интервалында темір иондары тұнады(III).

1.2 Асыл металдарды атомдық-абсорбциялық анықтау

Алтын, палладий, платинаны атомдық-абсорбциялық анықтау нәтижелері 4-6 кестеде көрсетілген.

Кесте 3

Аффинажды зауыт сынамасы ЦЕЗ құрамындағы палладийді атомдық-абсорбциялық анықтау нәтижелері

Сұйылт у1М NH ₃	Абсорбция		Палладий концентрациясы, мкг/л	
	Бірлік өлшеу	Орташа	Бірлік өлшеу	Орташа
4	0,0169	0,0167	47,6800	46,9455
	0,0164		46,2110	

Кесте 4

Аффинажды зауыт сынаамасы ЦЕЗ құрамындағы алтынды атомдық-абсорбциялық анықтау нәтежелері

Сұйылту 1М NH ₃	Абсорбция		Алтын концентрациясы, мкг/л	
	Бірлік өлшеу	Орташа	Бірлік өлшеу	Орташа
1000	0,0553	0,05533	4896,6691	4718,2782
	0,0528		4669,9218	
	0,0519		4588,2439	

Кесте 5

Аффинажды зауыт сынаамасы ЦЕЗ құрамындағы платинаны атомдық-абсорбциялық анықтау нәтежелері

Сұйылту 1М NH ₃	Абсорбция		Платина концентрациясы , мкг/л	
	Бірлік өлшеу	Орташа	Бірлік өлшеу	Орташа
4	0,0175	0,0167	118,4917	132,3846
	0,0215		146,2775	

6-кестеде атомдық-абсорбциялық анықтаудың біріктірілген нәтежелері көрсетілген.

Кесте 6

Аффинажды зауыттың ЦЕЗ сынаамасы құрамындағы металдарды атомдық-абсорбциялық анықтау нәтежелері

Элемент	Палладий	Платина	Алтын
Мөлшері мкг/л	46,9455	132,3846	4718,2782

Алтын аффинажының электролиті ЦЕЗ құрамындағы алтынды атомдық-абсорбциялық анықтап, әдістемесі құрастырылды. Гравиметриялық әдіспен зерттелетін объектідегі макрокомпоненттер мөлшері анықталды.

Ұсынылған әдісті қолдану арқылы афинаж зауытының ЦЕЗ сынаамасының құрамындағы алтынның және оған серіктес элементтердің мөлшері анықталды. Мәліметтерді статистикалық өңдеу негізінде параллелді зерттеулердің нәтижелері, сонымен қатар гравиметрия әдісінің мәліметтері өзара келісілетіндігі көрсетілді .

Пайдаланылған әдебиеттер

1. Ohta K., Yokoyama M., Ogawa J., Mizuno N., Vatrix modification by Cu(NO₃)₂ for the determination of gold by electrothermal atomic absorption spectrometry with a molybdenum tube atomizer / Mikrochim.Acta. - 1996. - V.122. - P.61-66.
2. Chao T.T., Sanzolone R.F. Decomposition techniques / J. geochem. Explor. - 1992. - V.44. - P.65-106.
3. Zhang Z., Pu Q., Liu P., Sun Q., Su Z. Synthesis of amidinothioureido-silica gel and its application to flame atomic absorption spectrometric determination of silver, gold and palladium with on-line preconcentration and separation / Anal.Chim.Acta. - 2002. - V.452. - P.223-230.
4. Garcia-Olalla C., Aller A.I. Determination of gold in ores by flame and graphite atomic absorption spectrometry using a vanadium chemical modifier / Anal.Chim.Aacta. 1991. - V.252. - P.97-105.