

УДК 543.4.423

ОПРЕДЕЛЕНИЕ ПЛАТИНЫ И ПАЛЛАДИЯ В АНОДНОЙ МЕДИ С ИСПОЛЬЗОВАНИЕМ АНАЛИЗАТОРА МАЭС

Я.Г.Андреев, Г.А.Москвина, Г.И.Бородулина
ЗАО «Кыштымский медеэлектролитный завод», ЦЗЛ
456870, Кыштым, Челябинской обл., Парижской Коммуны, 2
lab1@kmez.ru

Описана методика определения платины и палладия в анодной меди. Метод основан на возбуждении атомов пробы в дуговом разряде, фотоэлектрической регистрации спектра с применением блока многоканального детектора (использована микросборка линеек активных фотодиодных ячеек МАЭС).

Андреев Ярослав Геннадьевич – начальник центральной заводской лаборатории Кыштымского медеэлектролитного завода.

Область научных интересов: аналитическая химия веществ и материалов на основе меди, драгоценных металлов, а также объектов окружающей среды; физико-механические испытания материалов из меди.

Москвина Галина Афанасьевна – заместитель начальника ЦЗЛ.

Область научных интересов: аналитическая химия веществ и материалов на основе меди, драгоценных металлов, а также окружающей среды; физико-механические испытания материалов из меди.

Бородулина Галина Иосифовна – инженер по внедрению новой техники и технологий.

Область научных интересов: атомно-эмиссионная спектрометрия для контроля содержания примесных компонентов в меди и драгоценных металлах.

Для определения платины и палладия в анодной и черновой меди используют хорошо известный в аналитической химии метод предварительного концентрирования благородных металлов пробирной плавкой с получением серебряного «королька» и окончанием анализа атомно-абсорбционным или атомно-эмиссионным методами. Указанный метод длительный, занимает трое суток, и трудоемкий, состоит из большого числа операций, в процессе которых могут быть потери платины и палладия. В связи с этим перед ЦЗЛ была поставлена задача экспрессного определения платины и палладия в анодной меди с высокой точностью.

Для этого модернизировали спектрограф с плоской дифракционной решеткой PGS-2, установив на нем блок многоканального анализатора эмиссионных спектров (МАЭС), в котором использованы восемь линеек - микросборок активных фотодиодов (количество фотодиодов в линейке 2580 шт.). Разработанная экспресс-методика определения содержания платины и палладия в анодной меди основана на возбуждении атомов пробы в дуговом разряде переменного непрерывного тока от генератора «Шаровая молния» и фотоэлектрической регистрации спектра анализатором МАЭС.

Для установления характера поступления примесей в плазму проводили регистрацию спектров во время горения дугового разряда, строили гистограммы и анализировали характер изменения интенсивности спектральных линий элементов. При этом работали в разнообразных режимах генератора с силой тока от 5 до 15 А. Таким образом, в ходе эксперимента были выбраны следующие оптимальные режимы:

- генерации тока – дуга переменного непрерывного тока силой - 9 А;
- измерения - время экспозиции – 250 мс; количество накоплений в цикле – 10; длительность цикла - 10; количество циклов - 12; полное время экспозиции - 30 с.

Для контроля смещения спектра относительно детектора выбрана реперная линия меди Cu 334.928 нм. Аналитические линии, используемые для выполнения измерений, а также линии сравнения, представлены в табл. 1.

В качестве меры интенсивности спектральной линии выбрана площадь под линией за вычетом фона (использовано значение фона под максимумом пика). Связь аналитического сигнала – отношения интенсивностей аналитической линии и линии сравнения - с концентрацией эле-

мента в пробе устанавливали с помощью градуировочных зависимостей, полученных по государственным стандартным образцам состава черновой меди МЧ ГСО 7833-2000 и МБЧ ГСО 7966-2001 (рис. 1 и 2).

Таблица 1

Аналитические линии и линии сравнения для проведения анализа анодной меди

Аналитическая линия, нм	Линия сравнения, нм
Pd 363.47	Cu 345.943
Pt 265.945	Cu 282.437

Предлагаемый метод (FB-МАЭС) позволяет определять содержание платины и палладия в интервалах массовых долей и с характеристиками погрешности, представленными в табл. 2. Так же в табл. 2 приведены для сравнения характеристики погрешности атомно-абсорбционного метода с электротермической атомизацией в графитовой печи после растворения пробы в «царской водке» (ААА) и атомно-эмиссионного метода с источником возбуждения индуктивно-связанная плазма (ICP-AE), применяемым после растворения серебряного королька, полученного пробирной плавкой

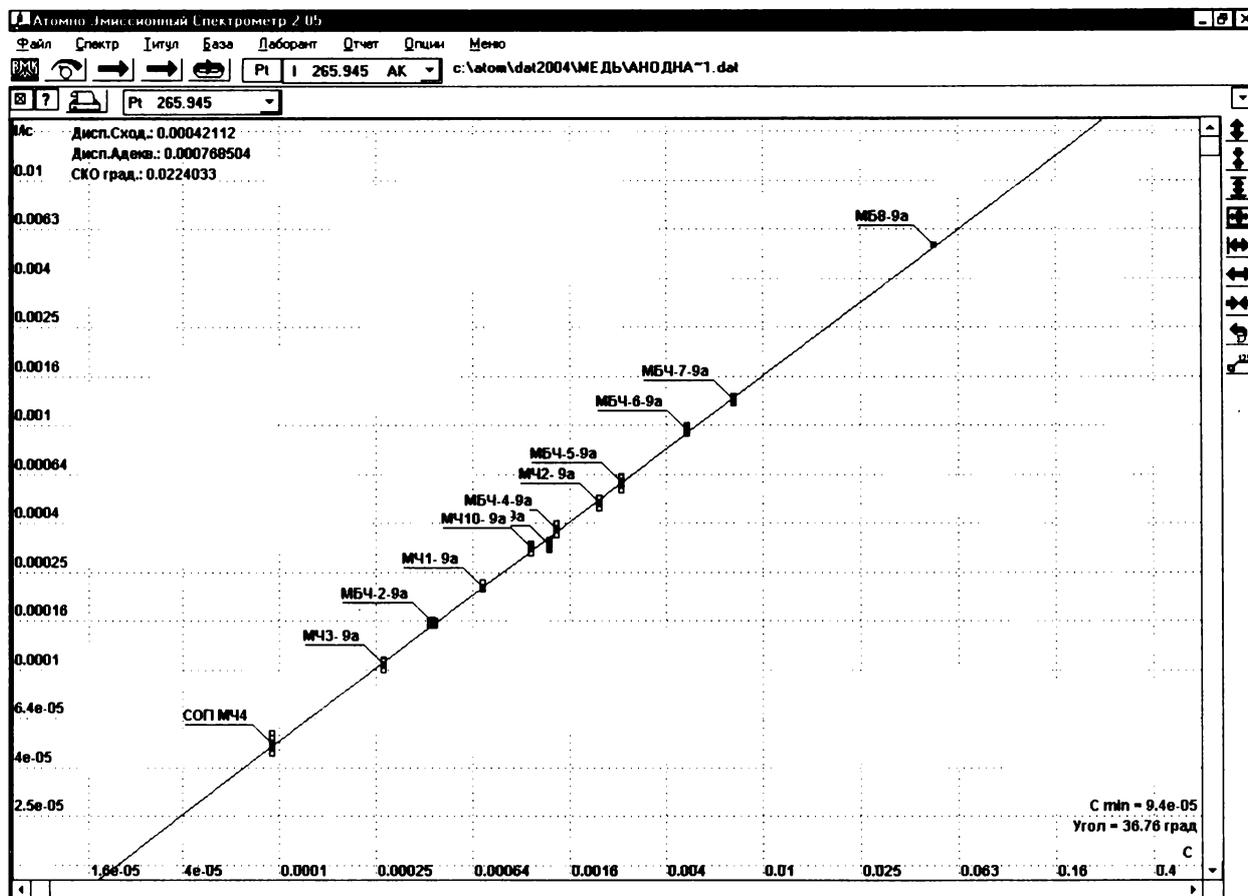


Рис. 1. Градуировочный график для определения платины

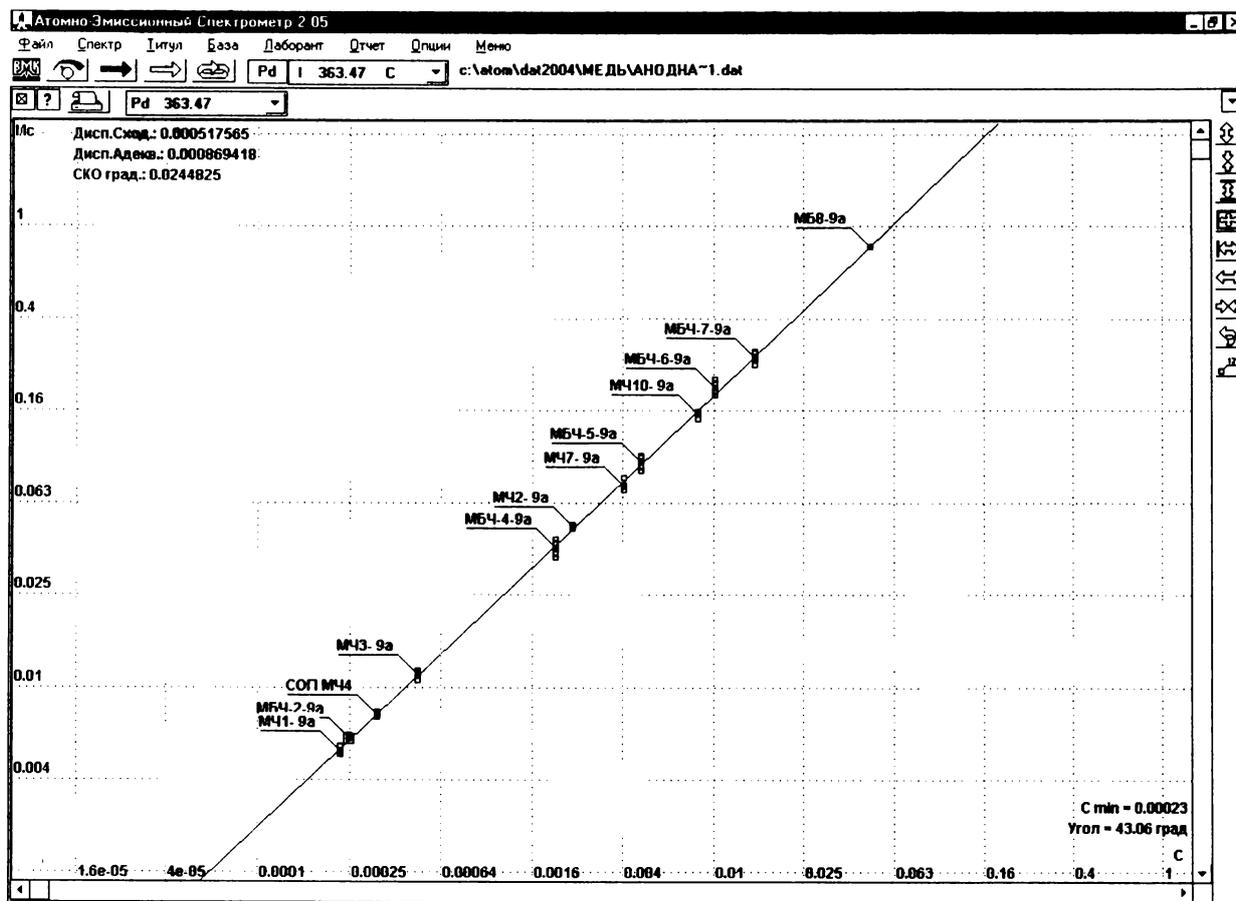


Рис. 2. Градуировочный график для определения палладия

Из табл.2 видно, что предел абсолютной погрешности разработанного экспресс-метода сопоставим с погрешностями распространенных методов. Небольшое превышение погрешности по сравнению с характеристиками ICP-AE метода можно объяснить тем, что при пробирном концен-

трировании навеска пробы составляет 20-25 г. а при дуговом анализе помощью МАЭС – всего около 0.1 г, что из-за неоднородности контролируемого металла и приводит к увеличению общей погрешности.

Таблица 2

Массовая доля платины и палладия и предел абсолютной погрешности результатов анализов анодной меди (при доверительной вероятности P=0,95) для различных методов определения

Элемент	Массовая доля, %	Предел абсолютной погрешности, %		
		FB-МАЭС	AAA	ICP-AE
Платина	0,00011	0,00008	0,00010	0,00010
	0,00043	0,00018	0,00018	0,00020
	0,0014	0,0004	0,0004	0,0004
	0,0027	0,0007	0,0007	0,0006
	0,0049	0,0011	0,0012	0,0011
	0,0076	0,0018	0,0018	0,0014
Палладий	0,00025	0,00015	0,00015	0,00010
	0,00076	0,00031	0,00026	0,0003
	0,0020	0,0006	0,0006	0,0006
	0,0048	0,0013	0,0012	0,0011
	0,0101	0,0019	0,0024	0,0018
	0,0152	0,0030	0,0035	0,0025

Правильность получаемых данных проверяли на рабочих пробах анодной меди, проанализированных различными методами. Из представленных в табл. 3 данных видно, что результаты анализа проб анодной меди, выполненные тремя методами, близки по значениям, а их различия не превышают предела воспроизводимости между методами R_m , установленного в лаборато-

рии. Сравнительный анализ данных этой таблицы подтверждает, что методика определения содержания платины и палладия в анодной меди, основанная на возбуждении атомов пробы в дуговом разряде переменного непрерывного тока с фотоэлектрической регистрации спектра МАЭС, не уступает по точности альтернативным методам.

Таблица 3

Сравнительные результаты анализа проб анодной меди

№ пробы	Массовая доля Pd, ppm			Массовая доля Pt, ppm			R_m , ppm	
	AAA	ICP-AE	FB-МАЭС	AAA	ICP-AE	FB-МАЭС	Pt	Pd
303	8	7,2	9,0	4	3,4	4,0	4,0	2,1
304	7	6,2	8,1	4	3,0	2,6	3,6	2,0
305	6	6,1	6,7	3	2,0	2,2	3,2	1,8
306	9	8,0	9,1	5	4,2	5,5	4,2	2,6
307	8	6,8	7,5	4	4,5	6,0	3,7	2,5
309	8	6,4	9,5	3	2,0	2,4	4,0	1,8
310	11	9,2	10	4	3,7	3,7	4,3	2,3
311	5	5,4	6,0	3	2,0	2,1	2,8	1,8
312	5	7	7,4	3	1,9	2,1	3,2	1,7
313	5	6,2	4,8	5	5,0	4,9	2,7	2,6
183	44	39	41	3	1,5	1,7	15	1,3
184	28	30	33	3	1,0	1,4	11	1,2

Таким образом, использование анализатора МАЭС позволило значительно сократить время проведения анализа (до 30 мин), материальные затраты, а также повысить надежность определения содержания платины и палладия в анодной меди. Особо следует отметить, что программа «Атом» обеспечивает возможность визуального наблюдения всего спектра исследуемого материала, позволяя осуществить быструю оценку состава пробы и на этой основе реализовать гибкий подход к учету межэлементных влияний. Это

очень важно, так как из-за частого изменения входного сырья меняется и состав анодной меди.

В ходе отработки методики нами также были высоко оценены следующие преимущества генератора «Шаровая Молния»: малые габариты генератора при высокой стабильности и надежности работы; компьютерное управление, которое позволяет оперативно выбирать и комбинировать режимы работы генератора для получения оптимальных условий возбуждения спектров.

* * * * *

DETERMINATION OF PLATINUM AND PALLADIUM IN COPPER ANODES WITH THE USE OF MAES ANALYZER

YA.G.Andreev, G.A.Moskvina, G.I.Borodulina

The article deals with the procedure of determination of platinum and palladium in copper anodes. The procedure is based on excitation of assay atoms in arc discharge and utilizes the block of multi-channel detector for photoelectric registration of the spectra received (by use of the active photodiode cells micro-assembly of the multi-channel emission spectrum analyzer).