

**АНАЛИЗ КОНЦЕНТРАТОВ ПЛАТИНОВЫХ МЕТАЛЛОВ МАРКИ КМСП И КПП
МЕТОДОМ АЭС-ИСП**Коротков В.А.¹, Пославская Е.С.¹, Бухбиндер Г.Л.², Никишина С.И.¹, Лисаков Ю.Н.¹¹ООО «Институт Гипроникель», Санкт-Петербург, Россия²Представительство Intertech Trading Corporation в Красноярске, Красноярск, Россия*korotkovva@nornik.ru***DOI: 10.26902/ASFE-11_22**

В настоящее время определение драгоценных металлов (ДМ) в концентратах металлов спутников платины (КМСП) и концентратах платино-палладиевых (КПП) производства АО «Кольская ГМК» выполняют методом атомно-эмиссионной спектроскопии с индуктивно связанной плазмой (АЭС-ИСП). При этом палладий в КПП определяют гравиметрическим методом. Определение ДМ занимает очень много времени. Кроме многочасового гравиметрического определения палладия, достаточно большое количество времени уходит на перевод элементов в раствор. Проблема растворения КМСП и КПП решена следующим, достаточно традиционным, образом: навеску концентрата растворяют в царской водке (ЦВ), и получившийся достаточно большой осадок неоднократно сплавляют с Na_2O_2 . Такая схема не эффективна, так как металлы спутники платины (Rh, Ru, Ir), как известно, не растворяются или частично растворяются в ЦВ. Сложность растворения КПП вызвана высоким содержанием SiO_2 , который не растворяется в отсутствии плавиковой кислоты.

Настоящая работа посвящена разработке нового более эффективного и экспрессного способа разложения концентратов КМСП и КПП, а также реализации способа ограничивающих стандартов, чтобы определять все компоненты концентратов с использованием АЭС-ИСП и достичь точности определения палладия в КПП не хуже, чем гравиметрическим методом. Для растворения концентратов использовали систему HotBox в комплекте с фторопластовыми автоклавами в защитном кожухе, рассчитанными на работу при давлении до 40 атм. Навеску концентрата массой 0,25 г растворяли в смеси HCl , H_2O_2 и HF при температуре 180°C в течение 2 часов. Предложенная кислотная смесь более эффективна, чем ЦВ. Во-первых, она позволяет перевести в раствор более 99% ДМ, присутствующих в образцах КМСП и полностью концентраты КПП. Во-вторых, для проб, содержащих оксид палладия, не требуется предварительная обработка муравьиной кислотой или другим восстановителем, так как оксид палладия не растворяется в ЦВ. Большую эффективность предлагаемой смеси можно объяснить тем, что ДМ лучше растворяются в присутствии активного хлора, который образуется в результате реакции между HCl и H_2O_2 . Применение в смеси HF позволяет перевести в раствор все соединения кремния, присутствующие в образцах. Остающийся после автоклавного растворения осадок сплавляли однократно с небольшим количеством Na_2O_2 . Основная часть ДМ (99% в случае КМСП и 100% в случае КПП) находится в растворах после разложения образцов в автоклавах. Эти растворы анализировали способом ограничивающих стандартов, и контролировали добавление аликвотной части раствора внутреннего стандарта кадмия на весах. Такой подход позволил исключить из общей погрешности анализа погрешность пипетки, которой добавляют внутренний стандарт, а также погрешность мерной колбы, в которой проводят доведение объема раствора до метки. Определение ДМ в растворах после сплавления с Na_2O_2 выполняли методом АЭС-ИСП с системой автоматического добавления внутреннего стандарта – кадмия. Полученные результаты, в случае КМСП, суммировали с результатами после кислотного разложения.

Точность разработанной методики, не хуже используемой в настоящее время, однако значительно сократилось время выполнения анализа, появилась возможность отказаться от гравиметрического определения Pd.