

ИНВЕРСИОННАЯ ВОЛЬТАМПЕРОМЕТРИЯ В АНАЛИЗЕ ОБЪЕКТОВ ОКРУЖАЮЩЕЙ СРЕДЫ

**Сагитова Е.Ф., Першина Е.В., Кутубаева К.Р., Шамсутдинова К.Р.
Научные руководители – доцент Щеглова Н.В., профессор Волкова Г.В.**

Сибирский федеральный университет

Данная работа посвящена анализу руд платиновых металлов, золота и серебра, так как Красноярский край является главным производителем в России этих металлов.

Метод инверсионной вольтамперометрии (ИВА) обладает рядом преимуществ:

- относительно простое аппаратное оформление;
- требуются малые количества исследуемого вещества;
- возможность определения низких концентрации, обусловленная концентрированием определяемых элементов на индикаторном электроде путем потенциостатического электролиза.

Актуальным является поиск путей улучшения метрологических характеристик существующих методик, а также разработка условий анализа многокомпонентных систем.

Основное внимание было уделено анализу хлоридных и нитритных комплексов платиновых металлов.

Интерес к этим комплексам был обусловлен тем, что при вскрытии руд платиновых металлов они присутствуют в основном в виде хлоридных комплексов, а при аффинаже – в виде нитритных.

В работе представлены результаты поиска оптимальных условий инверсионно-вольтамперометрического определения следующих пар платиновых металлов из одной аликвоты: родий и иридий, платина и палладий, платина и родий.

В России и за рубежом известны способы вольтамперометрического определения родия и иридия, но все они характеризуются схожими недостатками. Методики сложные, длительные и трудоёмкие, имеют достаточно узкий диапазон определяемых концентраций. Таким образом, вольтамперометрическое определение родия (III) и иридия (III, IV) при совместном присутствии в хлоридных средах остаётся малоизученной проблемой и представляет в настоящее время большой научный и практический интерес.

В ходе проведенных исследований получены следующие результаты:

Подобраны оптимальные параметры вольтамперометрического определения родия и иридия с двумя типами индикаторных электродов (ртутно-плёночного и углерод-содержащего) в хлоридной среде с использованием вольтамперометрического анализатора ТА-4. Установлены время (80-120 секунд) и потенциалы накопления металлов: для родия -0,600 В, для иридия -0,800 В. Подобраны природа и состав фоновых электролитов (муравьиная и хлороводородная кислоты).

Чувствительность определения обоих элементов составила 0,005 мг/л. Диапазон определения Ir (III,IV) (0,005 – 2,100 мг/л) несопоставимо шире, чем для Rh (III) (0,005-1,000 мг/л). Существенное различие потенциалов полуволн для хлоридных комплексов родия (0,57 В) и иридия (0,78 В) позволяет определять эти элементы при совместном присутствии без ущерба точности определения в вышеуказанных диапазонах концентраций: ошибка не превышает 10%. Разработанные методики определения

исследуемых металлов опробованы на модельных и производственных растворах в пробах руд благородных и цветных металлов Таёжного месторождения Приморского края.

Следующим этапом нашей работы было исследование возможности прямого определения микроколичеств платины и палладия в растворах их хлоридных и нитритных комплексов методом инверсионной вольтамперометрии.

Исследована серия фоновых электролитов, из которых выбраны пригодными: серная кислота для определения хлоридных и нитритных комплексов палладия; соляная кислота для определения хлоридных комплексов палладия и платины; нитрат калия для определения нитритных комплексов палладия и платины. Экспериментально установленные диапазоны определяемых концентраций составили для палладия:

- на фоне серной кислоты 0,1 – 2,0 мг/л и 0,1 – 5,0 мг/л в хлоридных и нитритных комплексах соответственно;
- на фоне соляной кислоты 0,05 – 2,5 мг/л;
- на фоне нитрата калия 0,05 – 3,0 мг/л.

Для платины:

- 0,1 – 1,5 мг/л на фоне соляной кислоты;
- 0,1 – 2,0 мг/л на фоне нитрата калия.

Выбраны оптимальные условия определения платины и палладия с использованием углеродсодержащего электрода. Установлено оптимальное время накопления: 150 с для растворов с концентрацией металла больше 1,5 мг/л, 250 с для растворов с концентрацией меньше 1,5 мг/л. Выбрана величина потенциала накопления: -0,500 В для растворов палладия; -0,600 В для растворов платины. Потенциал полуволны для палладия составляет 0,8 В, для комплексов платины – 0,4 В. Скорость развертки 40 мВ/с.

Большой интерес представляет пара платиновых металлов платина-родий, так как данный сплав используется в каталитических фильтрах-нейтрализаторах выхлопных газов автомобилей.

В качестве фонового электролита использовали 2М HCl, концентрированную муравьиную кислоту, 1М H₂SO₄. Из полученных данных следует, что пригодным фоновым электролитом для вольтамперометрического определения исследуемых металлов является 1 М H₂SO₄. Было установлено, что совместное определение платины и родия возможно при следующих параметрах:

Таблица 1

Параметры предварительных стадий определения концентрации родия(III) и платины(IV)

| Этап | Потенциал, В | Время выполнения этапа, с | Состояние исполнительных устройств |
|-------------|--------------|---------------------------|------------------------------------|
| | | | вибрация |
| Растворение | 0,5 | 30 | вкл. |
| Накопление | -0,6 | 120 | вкл. |
| Успокоение | -0,2 | 10 | вкл. |

Развертка потенциала от 0,1 до 1,2 В; скорость развертки 50 мВ/с. Пригодным для совместного определения этих металлов является углеродсодержащий электрод. Потенциал анодного растворения платины равен 0,4В, родия – 0,6В.

Серебро и золото часто сопутствуют друг другу как в природных объектах, так и в ювелирных изделиях, поэтому определение их из одной аликвоты также является актуальной задачей.

В качестве фонового электролита чаще всего используют хлороводородную кислоту различной концентрации. Применение этого фонового электролита при определении данной пары металлов методом инверсионной вольтамперометрии невозможно. Поэтому в качестве фонового электролита был выбран 1М раствор KNO_3 .

Таблица 2

Параметры предварительных стадий определения концентрации серебра (I) и золота (III)

| Этап | Потенциал, В | Время выполнения этапа, с | Состояние исполнительных устройств |
|-------------|--------------|---------------------------|------------------------------------|
| | | | вибрация |
| Растворение | 0,5 | 20 | вкл. |
| Накопление | -0,6 | 80 | вкл. |
| Успокоение | -0.2 | 5 | вкл. |

Развертка от -0,2 В до 0,9 В; скорость развертки 40 мВ/с; потенциал анодного растворения серебра равен 0,2 В, золота – 0,8 В. Соотношение Ag:Au при котором возможно раздельное их определение при совместном присутствии от 1:2 до 2:1.

Руды благородных металлов в природе встречаются обычно в виде сульфидов. Кроме того, в большом количестве в земной коре содержатся хлорид-ионы. Поэтому определение сульфид- и хлорид-ионов при совместном присутствии является важной аналитической задачей.

Ионы исследовались методом ИВА на ртутно-плёночном электроде в различных электролитах: концентрированная муравьиная кислота, 2 М уксусная кислота, 1 М ацетат натрия. Фоновым раствором, обеспечивающим более высокую чувствительность, является муравьиная кислота.

Основные параметры определения данных ионов: развёртка потенциала от -1,0 до 0,0 В, скорость развёртки потенциала 100 мВ/с. Во всех перечисленных фоновых растворах на катодной вольтамперограмме при потенциале -0,3 В для Cl^- и при потенциале -0,4 В для S^{2-} регистрируется пик тока, зависящий от концентрации определяемого аниона в растворе, что позволяет использовать его в качестве аналитического сигнала.

Диапазон определяемых концентраций для сульфид-ионов составляет 0,03 – 1000,00 мг/л, хлорид-ионов - 0,01 – 1000,00 мг/л.

Аналогичные условия определения сульфид- и хлорид-ионов позволяют проводить определение данных анионов при совместном присутствии, что позволяет использовать данную методику при анализе различных объектов окружающей среды.