

МЕТОДИКА ОПРЕДЕЛЕНИЯ СЕРЕБРА И РТУТИ В РУДАХ МЕТОДОМ ППН

Н. А. КОЛПАКОВА, А. И. КАРТУШИНСКАЯ

(Представлена научным семинаром ХТФ)

В литературе описано несколько методов определения серебра и ртути в рудах и силикатных породах [1—3]. Однако чувствительности их определения или не удовлетворяют требованиям современного геохимического анализа, или методики длительны и трудны в исполнении.

Цель данной работы — разработать простую и высокочувствительную методику определения этих элементов с применением метода пленочной полярографии с накоплением на графитовом электроде.

Сущность данного метода описана в ряде работ [4—5].

Из исследований, проведенных нами, было выяснено, что совместное определение серебра и ртути возможно только при соотношении их в растворе 1:5. Поэтому для разделения элементов мы воспользовались методом экстракции серебра и ртути дитизоном с последующей реакцией ртути с KSCN , серебра — KBg . Полярографическому определению серебра и ртути в данных условиях мешают золото и медь. Для предотвращения экстракции меди к раствору добавляют 0,1 N раствор ТрБ и создают кислую среду. В этих условиях медь не экстрагируется.

Условия разложения пробы выбирались так, что золото из породы в раствор не переходило и не мешало определению серебра и ртути.

В процессе разработки методики нами анализировались руды свинца и цинка. Аппаратура подготовки пробы к полярографическому замеру достаточно полно описана в работе [4].

Разложение пробы проводилось разбавленной (1:3) азотной кислотой, при температуре 70—80°C. Количество растворителя найдено экспериментально.

На основании проведенных исследований предлагается следующая методика определения серебра и ртути в свинцово-цинковых рудах.

Ход анализа

5 г измельченной руды растворяют при температуре $t=80^\circ\text{C}$ в 20 мл разбавленной 1:3 азотной кислоты. Раствор фильтруют для удаления нерастворившегося остатка пробы. Затем выпаривают фильтрат при $t=80^\circ\text{C}$ до полного отсутствия запаха кислоты. Доводят объем пробы до 50 мл, добавляют 5 мл 1 N HNO_3 , 5 мл 0,1 N трилона Б. Трижды экстрагируют серебро и ртуть 0,001% раствором дитизона в CCl_4 порциями по 2 мл в течение 2 мин. Органические экстракты собирают

в делительную воронку и промывают бидистиллатом несколько раз. Затем к экстракту приливают 5 мл 1 м KSCN + 0,1 мл 1 N ТрБ и реэкстрагируют серебро в течение 2 минут. Органический экстракт переливают в 4-ю делительную воронку и реэкстрагируют ртуть 5 мл 20% KBr + 0,1 мл 1 N ТрБ. Реэкстракты сливают в стаканчики для полярографирования.

Условия полярографирования приведены в табл. 1.

Концентрация серебра и ртути в пробах определялась методом добавок и рассчитывалась по формуле, приведенной в статье [6]. Результаты анализа ряда проб минералов приведены в табл. 1.

Таблица 1
Результаты анализа свинцово-цинковых руд на серебро и ртуть методом ППН

№ п. п.	Основн. состав пробы	Условия проведения опытов	Найдено а) Ag б) Hg $\times 10^7, \%$	Средне-квадрат. ошибка	Доверительная вероятность	
					коэф. Стьюдента	отн. ошибка единич. изм.
а)						
1.	PbS	$\varphi_{э} = -0,7$ в отн. н. к. э.	18,00	1,30	2,26	5,4%
2.	ZnS	$\tau = 1-3$ мин. фон 1 м KSCN	3,31	3,20	2,26	7,6%
3.	PbS	$i = 1 \cdot 10^{-9}$ а/мм	1,29	0,14	2,776	15%
б)						
1.	PbS	$\varphi_{э} = -0,8$ в отн. н. к. э.	5,30	0,28	2,26	12%
2.	ZnS	$i = 2 \cdot 10^{-9}$ а/мм $\tau = 1$ мин.	—	—	—	—
3.	PbS	$i = 1 \cdot 10^{-9}$ а/мм	0,27	0,16	2,26	13,4%

Чувствительность методики по серебру — $4 \times 10^{-8} \%$, по ртути $4 \times 10^{-9} \%$.

ЛИТЕРАТУРА

1. РЖ Хим. 11 Г 70, 1963.
2. З. Бабаева. Исследование в области неорганической и физической химии. Баку, АН Азерб. ССР, 1966, с. 3—8.
3. А. А. Сауков, М. Х. Айдиньян. Завод лабор. № 1, 1941.
4. Н. А. Колпакова, А. Г. Стромберг, А. Г. Федосеева, Е. М. Мальков. Геохимия (в печати).
5. А. И. Каргушинская, Н. А. Колпакова. Изв. ТПИ (в печати).
6. Н. А. Колпакова, А. А. Каплин, Г. М. Немтинова. Завод. лаборатор. (в печати).