

Способ пробоподготовки минерального сырья для определения содержания металлов различными спектральными методами

С.М. Панова, А.Н. Кряжов, И.С. Мазурова

Научный руководитель – к.г.-м.н., заведующий лабораторией А.Я. Пшеничкин

Томский политехнический университет

634050, Россия, г. Томск, пр. Ленина, 30, kryazhov@tpu.ru

В работе представлен метод пробоподготовки определения металлов в минеральном сырье применимый как для атомно-эмиссионной (АЭС-ИСП), так и для атомно-абсорбционной (ААС) спектроскопии.

Мультиэлементный анализ горных пород и минералов является актуальной задачей аналитической химии. Современные методы спектрального анализа позволяют определять широкий спектр элементов в большом диапазоне концентраций [1], но при определении элементного состава горных пород необходим предварительный подбор метода разложения образца, так как невозможно одновременно перевести все элементы в раствор [2]. Кислотное разложение матрицы минерала позволяет перевести в раствор и стабилизировать все определяемые металлы – это многостадийный и продолжительный процесс, который оказывает значительное влияние на конечный результат анализа [3].

В качестве контрольного образца использовался образец траппа ГСО 519-88П (СТ-2). Фтороводородная, азотная и соляная кислоты приобретались марки ОСЧ. Аналитические исследования проводились при помощи ICP-MS спектрометра PerkinElmer NexION 350 и ААС спектрометра Varian AA240Z DUO.

Для анализа пород, на содержание металлов, брали три навески анализируемых образцов: 50, 100 и 150 мг и помещали в корундовые тигли. Вскрытие основных пород проводили фтористоводородной кислотой. Затем образцы обрабатывали концентрированной азотной кислотой. Полученные растворы помещали на плитку, доводили до кипения и прогревали в течение 30 мин. Затем растворы упаривали до появления интенсивных белых паров. После этого корундовые тигли снимали с плитки, охлаждали, стенки стаканов обмывали водой (3–4 см³ воды для лабораторного анализа) и упаривали до влажных солей. Затем в каждый кварцевый тигель добавляли концентрированную соляную кислоты. Полученные растворы переносили в полиэтиленовые бюксы и разбавляли дистиллированной водой для лабораторного анализа до 20 см³.

В таблице 1 представлены результаты определения металлов в ГСО 519-88П (СТ-2) методом АЭС-ИСП (50, 100 и 150 мг соответственно).

Таблица 1. Содержание Mg, Ca, Mn, Co, Cu и Zn в анализируемых растворах (P = 0,95, n = 3)

Элемент	Концентрация, %	Концентрация, %	Концентрация, %
Mg	(1,9922±0,019)	(1,4491±0,023)	(2,6660±0,025)
Ca	(3,860±0,024)	(3,293±0,015)	(4,3233±0,026)
Mn	(0,1408±0,011)	(0,1514±0,013)	(0,1891±0,012)
Co	(0,0043±0,009)	(0,0050±0,010)	(0,0056±0,009)
Cu	(0,0165±0,017)	(0,020±0,015)	(0,0222±0,016)
Zn	(0,0114±0,014)	(0,0177±0,013)	(0,0191±0,011)

Таблица 2. Содержание Mg, Ca, Mn, Co, Cu и Zn в анализируемых растворах (P = 0,95, n = 3, m = 50 мг)

Элемент	Концентрация, %
Mg	(1,8912±0,021)
Ca	(3,917±0,017)
Mn	(0,1312±0,016)
Co	(0,0035±0,005)
Cu	(0,0173±0,011)
Zn	(0,0121±0,019)

В таблице 2 представлены результаты определения содержания металлов в ГСО 519-88П (СТ-2) методом ААС, для навески 50 мг.

Данные, полученные двумя методами, имеют хорошую сходимость, что позволяет использовать разработанный метод пробоподготовки для методов АЭС-ИСП и ААС.

Вывод

Предложен метод пробоподготовки, который может применяться при определении содержания металлов в минеральном сырье различными спектральными методами.

Список литературы

1. Richard Brown J.C., Martin Milton J.T. // Trends in Analytical Chemistry, 2005.– Vol.24.– №3.– P.266–274.
2. Vrkljan M., Aljinović D. // Rudarsko Geolosko Naftni Zbornik, 2004.– Vol.16.– P.59–63.
3. Pyrzyńska K. // Spectrochimica Acta Part B Atomic Spectroscopy, 2005.– Vol.60.– №9–10.– P.1316–1322.