



«НАЦИОНАЛЬНЫЙ ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ
ТОМСКИЙ ПОЛИТЕХНИЧЕСКИЙ УНИВЕРСИТЕТ»

Направление подготовки/профиль 04.06.01 Химические науки/ 02.00.02 Аналитическая химия
Школа Инженерная школа природных ресурсов
Отделение химической инженерии

**Научный доклад об основных результатах подготовленной
научно-квалификационной работы**

Тема научного доклада
Инверсионно-вольтамперометрическое определение палладия, золота и серебра в углистых сланцах методом инверсионной вольтамперометрии

УДК **543.552.054.1:552.578.3**

Аспирант

Группа	ФИО	Подпись	Дата
А6-16	Фазлутдинова Жамиля Корганбековна		

Руководителя профиля подготовки

Должность	ФИО	Ученая степень, звание	Подпись	Дата
Профессор	Колпакова Нина Александровна	Д.х.н.		

Руководитель отделения

Должность	ФИО	Ученая степень, звание	Подпись	Дата
Профессор	Короткова Елена Ивановна	Д.х.н.		

Научный руководитель

Должность	ФИО	Ученая степень, звание	Подпись	Дата
Профессор	Колпакова Нина Александровна	Д.х.н.		

АННОТАЦИЯ

В последние годы наблюдается интерес к комплексным благороднометалльным месторождениям в углеродсодержащих толщах. Углистые сланцы УГС рассматривают как новый и перспективный источник благородных и платиновых металлов [1]. УГС вызывают практический интерес благодаря тому, что в тонкозернистой углеродистой фракции, концентрации благородных металлов многократно (в 15–16 раз) превышают их содержание в исходных (рудовмещающих) породах [1].

Метод инверсионной вольтамперометрии (ИВ) давно используется для определения содержаний золота, палладия и серебра в минеральном сырье [2,3,4]. Метод ИВ обладает высокой чувствительностью, с его помощью можно определять элементы в широком интервале определяемых содержаний, применяемая аппаратура отличается недорогой стоимостью.

При электроконцентрировании палладия из кислых растворов при потенциалах: от минус 0.6 В до минус 1 В на поверхность углеродсодержащих электродов методом инверсионной вольтамперометрии (ИВ) образуется палладий, способный сорбировать большое количество водорода (при 30°C палладий способен поглотить 734 объема водорода) [5].

С увеличением концентрации палладия в электролитическом осадке палладий-водородов происходит увеличение тока анодного пика электроокисления палладия и тока анодного пика электроокисления молекулярного водорода, абсорбированного палладием. Абсорбция палладием водорода искажает пик электроокисления палладия и увеличивает ошибку определяемых содержаний палладия методом ИВ.

Мешающее влияние водорода при ИВ-определении ионов Pd(II) можно устранить двумя способами: путем облучения анализируемого растворов ультрафиолетом (УФО) и с помощью модифицирования поверхности графитового электрода металлами.

Облучение раствора УФО способствует устранению мешающего влиянию водорода благодаря тому, что он воздействует на кристаллическую решетку палладия. Кристаллическая решетка чистого палладия имеет кубическую структуру, но при внедрении в неё атомов водорода структура решетки нарушается. При этом атомы водорода случайным образом занимают октаэдрические междоузлия в решетке металла. При воздействии на исследуемый раствор ультрафиолетом, атомарный водород, который до облучения был абсорбирован палладием, может покинуть кристаллическую решетку палладия и перейти в раствор. При этом равновесие между α и β фазами сдвигается, и распределение атомов в кристаллической решетке меняется.

Второй способ устранения мешающего влияния водорода предполагает использование модификаторов поверхности графитового электрода. Для этой цели используют как органические [6,7], так и неорганические модификаторы [8,9]. В данной работе в качестве металла –модификатора используется висмут. Теплота адсорбции водорода на висмуте мала, что препятствует образованию твердого раствора палладий-водород в процессе электроосаждения палладия. В диссертации представлены вольтамперные кривые электроокисления палладия с поверхности висмута-графитового электрода, на которых видны три пика ($E_1 = -0.3$ В, $E_2 = 0.15$ В, $E_3 = 0.4$ В), из которых природа пика при потенциале 0.15 В не известна; а пики при потенциалах $E_1 = -0.3$ В и $E_3 = 0.4$ В соответствуют процессу электроокисления осадков висмута и палладия с поверхности ГЭ соответственно.

Проведены термодинамические расчеты, из которых следует, что на электроде формируется ИМС состава Bi_2Pd . Так как при увеличении концентрации ионов Pd(II) в растворе наблюдается увеличение токов пика Pd(II) и пика при потенциале 0.15 В, пик при $E_2 = 0.15$ В можно использовать для определения палладия методом ИВ. При определении палладия методом ИВ таким способом чувствительность увеличивается в два раза.

В работе представлены методики, используемые для определения палладия, золота, серебра в углистых сланцах методом ИВ с использованием графитового электрода. Представлены результаты определения серебра, золота и палладия в

углеродсодержащем минеральном сырье методом ИВ. Результаты, полученные методом ИВ сравнивались с результатами, полученными методами АЭС, ААС, МС ИСП.

Список используемой литературы

1. Чернышов Н. М. Золото-платинометалльное оруденение в железистых кварцитах и сланцах кма - единая рудо-образующая система // Литосфера Издательство: Институт геологии и геохимии им. академика А.Н. Заварицкого (Екатеринбург) ISSN: 1681-9004eISSN: 2500-30.
2. Колпакова Н.А., Стромберг А.Г. Исследования по разработке методики определения 0,1-1 мкг/л серебра и ртути в природных водах сложного состава методом ППН. //Тезисы докл. на науч.-техн. конф. «Химия Кузбасса за 50 лет Советской власти и перспективы ее развития.
3. Горчаков Э. В., Михайлова З. С. Определение палладия и золота в серебряных рудах методом инверсионной вольтамперометрии // Труды IX Международного симпозиума им. Академика М. А. Усова «Проблемы геологии и освоения недр». Томск. 2005, с. 726 – 727.
- 4, Выдра Ф., Штулик К., Юлакова Э. Инверсионная вольтамперометрия. - М.:Мир, 1980. 278 с
5. Жуков И.И. Избранные труды //М: Изд-во АН СССР, 1952. с. 484.
6. Chooto, P. Modified electrodes for determining trace metal ions, applications of the voltammetry, Applications of the Voltammetry; Stoytcheva M., Zlatev R., Eds.; IntechOpen: London, United kingdom, 2017; DOI: 10.5772/intechopen.68193.
7. Qi, J., Zhai, Y., St-Pierre, J. Effects of Ethylene Glycol and Caprolactam on the ORR and HOR Performances of Pt/C Catalysts, J Electrochem Soc 2016. Vol.163, pp. 618–626, DOI: 10.1149/2.1451614jes
8. Postnikov, P.S., Trusova, M.E. at al. The new method of covalent grafting of organic functional groups on the graphite/GC electrodes using arenediazonium tosylates 15th European Conference on Composite Materials: Composites at Venice, ECCM 2012, Venice, Italy, June 24–28, 2012.
9. Sladkov, V.E.; Osipova, E.A. Effect of polyethylenimine on the selectivity of determining silver(I) by stripping voltammetry in the presence of copper(II). J Anal Chem 2001, Vol. 56, pp.43–46, DOI: 10.1023/A:1026715411687