

Жеенбаев Н.Ж.

АТОМНО-ЭМИССИОННАЯ СПЕКТРОМЕТРИЯ ДЛЯ ОПРЕДЕЛЕНИЯ СОДЕРЖАНИЯ ЗОЛОТА

N.Zh. Zheenbaev

ATOMIC-EMISSION SPECTROMETRY FOR GOLD CONTENT DETERMINATION

УДК: 543.423(575.2)(04)

В представленной работе предложен новый вариант высокочувствительного атомно-эмиссионного спектрометра для определения содержания золота. При определении содержания золота классическим атомно-эмиссионным методом спектрального анализа чувствительность спектрометра достигла значения 0.2 г/т.

New kind of highly sensitive atomic-emission spectrometric set for gold content determination has been proposed in present work. During the determination of gold content by classical atomic-emission method of spectral analysis the sensitivity of the spectrometric set is reached the meaning of 0.2 g/t.

Современный атомно-эмиссионный спектральный анализ вышел далеко за рамки своего традиционного применения, и, наряду с вопросами определения валовых содержаний изучаемого вещества в рудных и горных породах, сегодня в передовых научно-исследовательских лабораториях решаются задачи дальнейшего снижения пределов чувствительности до уровня кларкового содержания вещества, а также идентификации формы и фазы нахождения примесей в веществах, в особенности, драгоценных металлов в отбираемых пробах [1].

Но решение задач определения малых содержаний, например, золота, серебра, платины и других драгоценных металлов методами спектрального анализа, в частности, в ореолах рассеяния, становится возможным не только благодаря созданию необходимых стендовых условий эксперимента, но и, конечно же, во многом за счет использования высокоточной и многофункциональной современной научной аппаратуры, в первую очередь высокочувствительных эмиссионных спектрометров [2].

В условиях рыночной экономики не многие научно-исследовательские структуры могут позволить себе высоко бюджетные эксперименты, с использованием дорогостоящего оборудования, и, в этой связи, большинство из них ограничиваются решением классических задач, к примеру, связанных с определением элементного состава веществ. Поэтому развитие спектрального анализа золото-содержащих руд в Кыргызской Республике также нуждается в дальнейшем совершенствовании, поскольку слабая техническая оснащенность научно-исследовательских, а зачастую и коммерческих лабораторий не позволяет достичь необходимых пределов чувствительности и, как следствие – точности измерений. Для Кыргызстана, обладающего разнообразными видами залежей золота, актуальным является создание такой научно-исследовательской базы, которая обеспечивала бы

требуемый уровень точности прогнозных оценок месторождений, поскольку именно они являются главными показателями прибыльности месторождений.

Необходимо отметить, что для измерения содержания золота в исследуемых пробах огромную роль играет подбор спектрометра, соответствующего по своим техническим параметрам условиям успешного проведения элементного анализа. А при определении малых содержаний золота в пробах, особенно важно принять во внимание необходимость выполнения ряда требований, предъявляемых к используемому спектрометру, осуществление которых и обеспечивает получение информативных и достоверных результатов. Среди них наиболее важными являются следующие: 1) кларк золота составляет $5 \cdot 10^{-7}\%$ в изверженных породах, 2) золото характеризуется высокими значениями потенциала ионизации, что требует применения высокотемпературных (оптимальная температура $\sim 6500^\circ\text{K}$) источников возбуждения спектра, 3) неравномерность распределения золота (или другого драгоценного металла) в рудах и горных породах требует увеличения аналитической навески (пробы) от 1 до 10 и более грамм при прямом экспрессном анализе, 4) необходимость аналитической проработки большого объема представительных навесок на протяжении многих часов работы в промышленном секторе, требуют обеспечения эффективных, и, в то же время, экономичных эксплуатационно-технических характеристик, используемого спектрометра.

В целях реализации вышеперечисленных требований к разрабатываемому спектрометру, в экспериментах варьировались такие параметры, как сила тока, расход плазмообразующего и транспортирующего газа, угол и расстояние между соплами, были апробированы различные конструкции плазматронов, также было изменено программное обеспечение спектральных измерений, позволившее снизить время регистрации от 40 до 5 мс. Варьируемые параметры сравнивались с данными литературных источников, полученными при аналогичных измерениях содержания золота научно-исследовательскими коллективами стран СНГ. Результаты подбора оптимальных экспериментальных параметров для получения максимальной интенсивности линии золота ($\text{AuI } 267.595 \text{ нм}$) показывают, что наиболее полное выполнение вышеперечисленных условий обеспечивает предложенный нами вариант высокочувствительного спектрометра, работающий по следующей

структурной схеме: модернизированный двухструйный плазматрон ДПП-50М, спектральный прибор высокой разрешающей силы ДФС-13 (со сменной дифракционной решеткой 600 или 1200 штр./мм) и многоканальный регистратор спектра на базе фотоэлектронной кассеты (в работе использовалась фотоэлектронная кассета с 9 ПЗС без мертвых зон). Применение фотоэлектронных кассет позволяет значительно повысить точность определения элементного состава вещества, а в совокупности с программным обеспечением и привлечением компьютерных редакторов, дает возможность автоматизировать процесс измерений. На рис.1. представлена схема разработанного спектрометра.

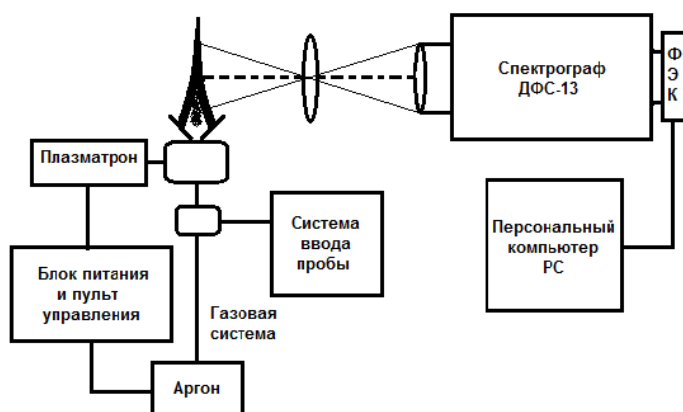


Рис. 1. Схема атомно-эмиссионного спектрометра.

Для проведения прямого экспресс-анализа был использован метод вдувания золотосодержащего порошка в аналитическую зону разряда. По сравнению с методом просыпки-вдувания [3] способ подачи пробы, применяемый нами в двухструйном плазматроне является более эффективным, поскольку совместно с такими конструктивными особенностями двухструйного плазматрона как большая протяженность аналитической зоны и малая скорость плазмы (2 л/мин), обеспечивается более длительное и интенсивно-термическое воздействие на вводимые мелкодисперсные материалы и, соответственно, необходимое полное испарение пробы. Калибровка исследуемого спектрального диапазона была проведена по спектру железа. Для проведения анализа была выбрана линия золота AuI 267.595 нм, которая расположена в удобной для фотографических и фотоэлектрических измерений спектральной области.

Получение достоверной информации о содержании исследуемого элемента в пробе обеспе-

чивалось достижением максимально возможного аналитического сигнала, а именно, наибольшей интегральной интенсивности спектральных линий. С этой целью были проанализированы все возможные условия, которые оказывают влияние на повышение интенсивности линии золота и подобраны необходимые параметры. Предыдущие исследования показали, что температура потока плазмы в двухструйном плазматроне ДПП-50М повышается от 6200°K в области до слияния токоведущих струй и до 7000°K в области их слияния. Изменение температуры плазмы проявляется в том, что интенсивность линии золота в разных по высоте участках потока плазмы различна. Максимальная интенсивность линии золота AuI 267.595 нм наблюдается вблизи слияния струй.

Также на данном участке наблюдается наилучшее соотношение сигнал/шум. Поскольку именно здесь реализуется оптимальный для возбуждения температурный режим, то соответственно место слияния струй в ДПП-50М выбрано нами в качестве аналитической зоны, учитывая пространственную стабильность параметров и максимальную интегральную интенсивность линии. Дальнейшее увеличение интенсивности линии золота достигалось путем подбора необходимого соотношения при смешивании пробы с угольным порошком. Подобранные опытным путем пропорции показывают, что для ДПП-50М в месте слияния токоведущих струй, максимальные интенсивности линий достигаются при разбавлении порошковых проб с графитовым порошком в соотношении 1:20. В качестве разбавителя во всех экспериментах использовался графитовый порошок ОСЧ-8-4.

Измерения содержания золота в пробах проводились при силе тока $I = 50-55\text{ А}$ и расходе плазмообразующего газа $G = 2.5\text{ л/мин}$. Несущий газ – аргон. Расход транспортирующего газа, которым также является аргон – 1 л/мин. Угол наклона катодного и анодного головок плазматрона варьировался в диапазоне 60-65°. Излучение от приосевых участков разряда через однолинзовую систему освещения фокусировалось на всю высоту щели ($H=15\text{ мм}$) спектрографа шириной 12 мкм. Автоматизированная регистрация спектров проводилась на базе спектрографа ДФС-13-2 с дифракционной решеткой 600 штр./мм (дисперсия 4 Å/мм) фотоэлектронной кассетой «МОРС-9» с 9 ПЗС без мертвых зон. Экспозиция фотоэлектронной кассеты $T=500\text{ мс}$, количество снимаемых кадров - 140.

Характерный участок исследуемого спектра представлен на рис. 2.

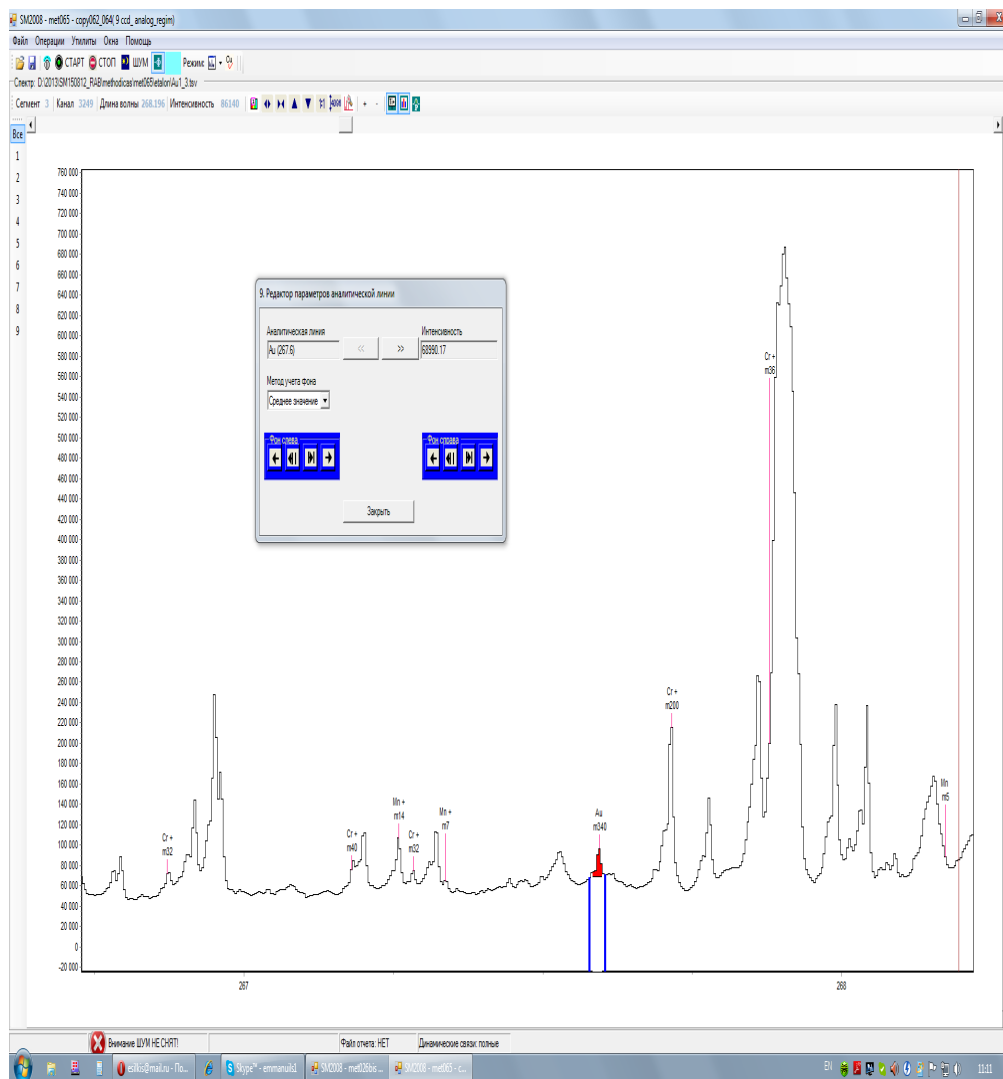


Рис. 2. Участок спектра с линией Au 267.595. Концентрация эталона – 1.2 г/г.

Для каждой аналитической линии с помощью рабочих образцов сравнения были построены градуировочные графики в координатах $I_g (I_l/I_f)$ от C , где I_l и I_f – интенсивности аналитической линии определяемого элемента и фона; C – содержание определяемого элемента в процентном соотношении (%). Каждый график был построен с помощью не менее, чем трех образцов сравнения. Содержание золота в пробах были найдены непосредственно по градуировочному графику. Стандартная погрешность измерений данной методики составляет в пределах от 10 до 20%.

Уже первые результаты измерений содержания золота в пробах, полученные в настоящей работе при использовании нового варианта спектрометра методом атомно-эмиссионного спектрального анализа, составили 0.2 г/г при вводимой навеске весом ~1 г. Полученный ранее аналогичным спектральным методом результат измерения содержания золота на спектрометрической установке, включающей двухструйный плазматрон ДПП-50, спектрограф ДФС-13 с фотографической регистрацией спектров (спек-

тральными пластинками) составил величину 1.32 г/г [4] при аналогичной навеске пробы.

Таким образом, при сравнении требуемых для анализа золота основных характеристик с достигнутыми нами результатами видно, что вариант спектрометра разработанный в лаборатории атомной спектроскопии всецело удовлетворяет условиям определения малых содержаний золота. Наряду с вышеперечисленными, также получены другие, не менее важные результаты, которые напрямую оказывают свое положительное влияние на эффективность проведения спектрального анализа, позволяющего определять малые содержания золота, а именно: а) вводимые мелкодисперсные материалы подвергаются более интенсивному термическому воздействию вследствие достаточно большой протяженности аналитической зоны и малой скорости потока плазмы (порядка 2 л/мин), имеет место более продолжительное пребывание исследуемых веществ в аналитической зоне, что в конечном итоге способствует необходимому полному испарению пробы, б) отсутствуют взаимное влияние

элементов в пробе и влияние минералогического состава на результаты анализав разрядной зоне ДГП-50М, что способствует повышению точности получаемых результатов.

Полученный предварительный результат по концентрационной чувствительности разработанной версии спектрометра может быть улучшен за счет усовершенствования рабочих условий, в частности, дальнейшего поиска и выбора оптимальной рабочей зоны плазматрона, обеспечивающего максимальное соотношение интенсивность/шум; увеличения разрешающей способности спектральных приборов; усовершенствования аналитической программы и других условий эксперимента.

Литература:

1. Д.О.Селюнин, В.А.Лабусов, В.Г.Гаранин, О.А.Неклюдов, С.А.Бабин. Анализаторы МАЭС для получения последовательности атомно-эмиссионных спектров с временем экспозиции 1 мс. // Заводская лаборатория. Диагностика материалов., 2011, т.77, №6, стр.21-25;
2. С.И.Прокопчук. Сцинтилляционный спектральный анализ с двухструйным плазматроном в качестве источника возбуждения спектров // С.И.Прокопчук, А.Н.Сайченко, С.В.Лончих – Всесоюзный съезд по спектроскопии: Спектральный анализ. Ч.5 – Томск, 1983, стр.237-239
3. В.Н.Аполицкий. Прямой интегрально-сцинтилляционный атомный эмиссионный спектральный анализ метод анализа порошковых проб. // Заводская лаборатория. Диагностика материалов., 2010, т.76, №2, стр.3-9
4. К.Урманбетов, Ж.Жеенбаев, О.Т.Абдылдаев, А.М.Ажигулов. Спектральные методы определения золота в рудах. // Известия НАН КР, 1996, №4, стр.17-19

Рецензент: д.ф.-м.н. Кидибаев М.М.
