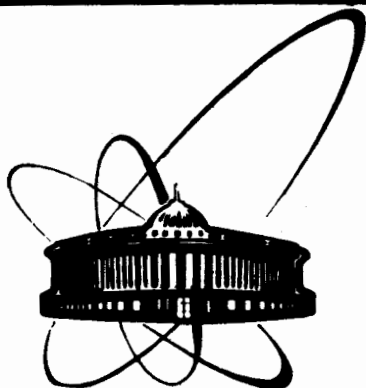


616-88



ОБЪЕДИНЕННЫЙ
ИНСТИТУТ
ЯДЕРНЫХ
ИССЛЕДОВАНИЙ
ДУБНА

18-88-616 e

Ю.Т.Чубурков, Б.Л.Жуйков, Ш.Гэрбиш, Л.К.Альперт,
Чан Зуй Ты

ГАЗОХИМИЧЕСКОЕ КОНЦЕНТРИРОВАНИЕ
БЛАГОРОДНЫХ МЕТАЛЛОВ
ДЛЯ ОПРЕДЕЛЕНИЯ ИХ СОДЕРЖАНИЯ
В ПРИРОДНЫХ МАТЕРИАЛАХ

Направлено в "Журнал аналитической химии"

1988

В работах /I-5/ описан метод концентрирования микроколичеств некоторых благородных металлов (Pt, Ir, Au и др.) из пород и промышленных концентратов для их последующего анализа различными инструментальными методами (нейтронная активация, масс-спектрометрия, рентгенофлуоресценция). Метод химического концентрирования основывается на возгонке благородных металлов в токе воздуха при температуре около 1200°C с образованием оксидов и других газообразных продуктов (PtO₂, IrO₃, Au, AuCl). Кроме того, используются добавки различных твердых веществ, реагирующих с компонентами анализируемой породы, способствующих выделению определяемых элементов в газовую фазу и, наконец, применяются химические фильтры из нелетучих оксидов, селективно поглощающие мешающие или определяемые элементы из газовой фазы. Такой подход обладает рядом преимуществ по сравнению с традиционными методами концентрирования. Это прежде всего простота переработки, высокие коэффициенты очистки и концентрирования, достижимые за одну стадию, а также возможность анализа таких пород (хромиты, сланцы и т.п.), которые трудно перерабатывать другими методами.

С другой стороны, в использовавшейся ранее методике имеются некоторые ограничения. При увеличении массы навески (до нескольких граммов и выше) выход резко падал, что объясняется низким давлением насыщенных паров существующих в газе форм благородных металлов, а также ухудшением доступа газа-реагента к зернам породы. Аналогично, снижение выхода наблюдалось и при увеличении концентрации благородных металлов в пробе (выше нескольких г/т).

Целью настоящей работы явилось исследование возможности достижения относительно высоких степеней возгонки из навесок значительно большей массы за счет прессования вещества в пористые таблетки и применения эффективных твердых реагентов FeCl₂, TiO₂, Nb₂O₅, которые способствуют образованию летучих соединений благородных металлов и разрушению структуры исходного материала. Кроме того, было изучено концентрирование платиновых металлов, рения, золота из природных материалов, не опробованных ранее и имеющих более широкий диапазон концентрации этих элементов. И, наконец, наряду с нейтронно-активационным (НАА) и рентгенофлуоресцентным (РФА) инструментальными методами определения предприятия попытка использовать γ -активационный метод анализа (ГАА) с помощью тормозного излучения микротрона.

Методика эксперимента

I. Получение препаратов для анализа

В таблице I представлены сведения об изучаемых породах и промышленных концентратах. Образцы измельчали (200 меш) и затем смачивали их азотнокислым раствором, содержащим радиоактивные изотопы анализируемых элементов, для обеспечения контроля за их поведением в процессе концентрирования. После высушивания "меченый порошок" массой 50 г и более отжигали при T = 800 ÷ 1200 °C в потоке Ar (1 л/ч), очищенного от O₂. Целью отжига было увеличение скорости изотопного обмена радиоактивных и стабильных изотопов, а также предварительная отгонка летучих компонентов, мешающих анализу (S, Sb и др.). Чтобы снизить возможные потери благородных металлов и частично разрушить матрицу породы, перед отжигом порошок смешивали с графитом (I:0,2) и с другими реагентами (TiO₂, Nb₂O₅), см. табл. 2.

Затем смесь переносили в кварцевую лодочку и нагревали в токе воздуха (15 л/ч) при 700°C до полного сжигания графита. Потери благородных металлов при этих операциях были измерены.

Оттоженный порошок перемешивали с (NH₄)₂CO₃ или NH₄Cl (в весовом соотношении I:0,5) и из смеси прессовали таблетки толщиной 2 - 3 мм, диаметром 20 мм и массой от 1 до 3 г. Таблетки нагревали в потоке Ar при 60°C и 340°C, соответственно, для разложения солей аммония. Образовавшиеся при этом поры способствовали доступу газа к веществу таблеток.

Для изучения влияния добавки FeCl₂ при возгонке в токе воздуха пористые таблетки смачивали раствором, содержащим этот хлорид, высушивали их при 150 ÷ 200 °C. Содержание FeCl₂ в таблетке составляло около 20% по массе.

Для изучения зависимости степени возгонки Au от концентрации металлического Au к пористым таблеткам медного концентрата добавляли раствор коллоидного золота.

Нагревание таблеток проводили в кварцевой аппаратуре, модификация которой изображена на рис. I.

Использовали трубчатые печи сопротивления внутренним диаметром d = 35 + 50 мм и длиной 250 мм. Трубка, в которой отжигали смесь исходных материалов и реагентов в потоке Ar, была футерована жестью из нержавеющей стали для предотвращения разрушения реактора. Таблетки - 5 помещали в держатель - 7. Его изготовляли из нержавеющей стали и покрывали слоем кварцевой пудры, смоченной водой (пудра при высыхании твердеет). Эта операция необходима для предотвращения взаи-

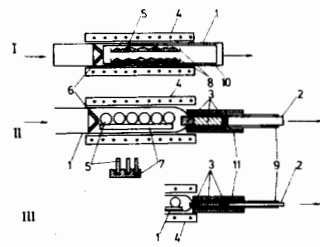


Рис. 1. Модификации установки для концентрирования благородных металлов. I - для отжига породы в Ar, II и III - для возгонки благородных металлов в токе воздуха из большого и малого числа таблеток соответственно. I - кварцевая трубка с исходными образцами; 2 - трубка для улавливания элементов из газового потока на химических фильтрах; 3 - химические фильтры; 4 - трубчатая печь; 5 - образцы анализируемого вещества (порошок или таблетки); 6 - ввод газа; 7 - держатель таблеток из нержавеющей стали; 8 - графитовые лодочки; 9 - уплотнения; 10 - футеровка из нержавеющей стали; II - медная трубка, охлаждаемая с одного конца водой.

модействия оксидов Pt и Ir с железом.

Возгонку благородных металлов из таблеток проводили в токе воздуха с расходом $V = 1 \div 5$ л/ч в течение $t = 0,5 \div 3,0$ часов при температуре $800 \div 1200^\circ\text{C}$. В нескольких опытах для увеличения выхода благородных металлов таблетки после 0,5 часа нагревания повторно смачивали раствором FeCl_2 и снова нагревали.

На выходе из печи помещали фильтры из нелетучих оксидов Mg, Al, Nb [5], и при более низкой температуре - графит для улавливания летучих продуктов из газовой фазы. Nb_2O_5 , MgO и Al_2O_3 использовали в виде гранул размером 2 - 3 мм. Из MgO изготовляли пористые таблетки с помощью внесения в порошок 50% по массе солей аммония (см. выше). Масса фильтров из Nb_2O_5 и TiO_2 составляла $0,5 \div 2$ г каждый, Al_2O_3 и MgO - $2 \div 5$ г. В месте размещения графита установка охлаждалась водой.

2. Анализ

С целью определения химического выхода использовали радиоактивные метки: ^{188}Ir , ^{189}Ir , ^{188}Pt , ^{103}Ru , ^{102}Rh , ^{183}Re , ^{184}Re , ^{185}Os , которые получали при бомбардировке фольг из Ta и Nb ионами углерода, ускоренными на циклотронах У-300 и У-400 ЛЯР ОИЯИ. Радионуклиды выделяли из облученных фольг отгонкой в потоке воздуха при $1200^\circ\text{C}/6'$. Возгон собирали на кварцевую трубку, смывали и готовили слабощелочной азотнокислый раствор, содержащий набор радиоактивных нуклидов. Раствором смачивали всю измельченную породу. Использовали также коммерческий изотоп ^{195}Au .

Таблица I

Характеристика исходных пород и промышленных концентратов (концентрация элементов определена нами методом РФА, а для благородных металлов - методами РФА (а) и НА (б) и стандартными методами в лабораториях предприятий (в))^ж

Элементы	Ультраосновные и основные породы		Сульфидные породы		Оксиды марганца и железа		Промышленные концентраты	
	Гарпур-Хромит	Хромит	Северный Байкал	Болгария Норильск	Тихий океан	Монголия Норильск	Мелкий концентрат	Никелевый концентрат
Ca	1,30	4,5	0,3	0,60	11,5	1,9		
Ti	0,39			0,20	0,6	0,67		
Cr	0,22							
Mn	0,54				0,127	16,0-21,4		
Fe	8,3	9,9	15	4,20	13,5	14,0-20,0	19	7,5
Co		0,022			0,32-1,13	0,32-1,13	0,0084	
Ni					0,014	0,99		
Cu			0,2	0,07	0,03	0,53	32	
Zn			30	0,4	$3 \cdot 10^{-5}$	0,047	0,12	1,3
Pb			0,30	0,37	$3,31 \cdot 10^{-3}$	0,09		
Pd				$(4,7 \pm 0,5) \cdot 10^{-5}$ (в)				$1,6 \cdot 10^{-3}$ (в)
Ag				$6 \cdot 10^{-4}$ (в)		$3 \cdot 10^{-4}$ (а)		$3 \cdot 10^{-3}$ (в)
Ir				$(2,35 \pm 0,06) \cdot 10^{-5}$ (б)				
Pt				$(4,3 \pm 1,7) \cdot 10^{-6}$ (в)				$4,4 \cdot 10^{-4}$ (в)
Au								$8,6 \cdot 10^{-6}$ (в)

^ж - концентрация элементов даны в процентах

Таблица 2

Степень возгонки (%) элементов в потоке Ar при нагревании 10 г различных пород в присутствии графита и TiO_2 (1:0,2:0,2), $T = 1000 \pm 1200^\circ C$, $d = 35$ мм
 $V = 1$ л/ч, число опытов, $n = 2-4$

Элементы и отметчики	Гарцбургит ⁺	Хромит	Сульфидные породы ⁺⁺ (Байкал)	Тихоокеанские Медный конкреции ⁺⁺ (6298)
Ag ^ж			55±9	
Sb				99,5
103Ru	6±2		11±2	3±1
102Rh	0,7±0,3		1,5±0,3	1,0±0,5
183,184Re	0,2±0,1		0,5±0,1	0,8±0,5
185Os	0,8±0,3		1,0±0,2	1,5±0,8
188Ir	0,6±0,4		0,9±0,5	1,6±0,8
192Ir		0,1±0,05		0,20±0,07
188Pt	0,8±0,5		1,4±0,2	1,0±0,6
195Au	2±1		5±1	8±4

ж - Ag определяли с помощью РФА

+ - 1200°C

++ - 1000°C

Таблица 3

Степень возгонки (%) изотопов различных элементов в токе воздуха (навески по 15 г, $d = 35$ мм, $V = 5$ л/ч, $n = 2-4$)

Тип породы	Гарцбургит	Хромит	Сульфидные руды		Конкреции (средняя проба)
			Сев. Байкал	Болгария	
Реагент	без реаг. TiO_2	без реаг. TiO_2	без реаг. TiO_2	без реаг. TiO_2	без реаг. TiO_2
Т°C	1200	1000	1000	1200	1000
Продолжительность нагревания, час	3	2	0,5х3 ^ж	3	3
103Ru	11±6	22±4	49±2	68±3	19±2
102Rh	62±5	54±3	54±3	54±3	54±5
183,184Re	86±1	90±3	95±3	98±2	60±3
185Os	61±6	72±6	92±4	91±10	80±5
188,189Ir	22±9	51±7	65±3	65±3	66±4
192Ir			30±7	40±7	25±5
188Pt	52±10	56±12	86±10	71±5	53±6
195Au	59±1	99±5	99±5	91±8	49±5
			76±7	62±8	65±5
			69±8	69±8	45±8
			62±8	62±8	82±7
			69±8	69±8	20±5
			91±8	91±8	59±10
			91±8	91±8	48±4
			99±5	99±5	93±5
			99±5	99±5	41±8
			99±5	99±5	68±7
			99±5	99±5	98±3

^ж через каждые 0,5 часа добавляли $FeCl_2$, всего три раза.

Условия и результаты опытов по определению концентраций Ir, Pt, Au в некоторых породах и промышленных концентратах ($t = 1,5$ ч, $d = 40$ мм, $V = 5$ л/ч, для каждого образца $n = 3-4$)

Образцы (см. таблицу I)	Условия опытов		Концентрация благородных металлов (г/т)		
	масса навески (г)	$T^{\circ}C$	Ir	Pt	Au
Гарцбургит	20	1200	$(2,4 \pm 0,6) 10^{-1}$	$\leq 5 \cdot 10^{-2}$	
Хромит	10	1200	$(2,4 \pm 0,6) 10^{-1}$		
Сульфидные породы (Северный Байкал)	50	1200	$3 \cdot 10^{-2}$	$\leq 3 \cdot 10^{-2}$	
Сульфидные породы (Болгария)	35	1200	$4 \cdot 10^{-2}$	$\leq 4 \cdot 10^{-2}$	$< 5 \cdot 10^{-3}$
Конкреции*					
6298, 6333, 6275	30	1000		$(8 \pm 2) 10^{-1}$	$< 5 \cdot 10^{-3}$
6343, 6348, 6365	30	1000		$(7 \pm 1) 10^{-1}$	$< 5 \cdot 10^{-3}$
Медный концентрат	10	1000			$4,0 \pm 0,9$
Никелевый концентрат	10	1050		$5,4 \pm 1,2$	$(9,1 \pm 1,8) 10^{-2}$
Pt, Pt-содержащая порода	50	1050		$(5,1 \pm 1,1) 10^{-2}$	

*Указаны номера станций, на которых отбирались конкреции в Тихом океане экспедицией на судне "Витязь" в 1970 году.

С целью проверки полноты изотопного обмена у ряда элементов их выход в процессе концентрирования определяли по внесенным меткам и одновременно какими-либо другими путями. При работе с хромитом степень возгонки и улавливания определяли по внесенному $^{188,189}Ir$, а также по ^{192}Ir , полученному в результате нейтронной активации исходного образца хромита. Регистрацию ^{192}Ir непосредственно в облученном образце хромита осуществляли с помощью Ge(Li)-детектора методом γ - γ -совпадений^{7/}, позволяющим значительно снизить фон от мешающих γ -линий (рис. 2).

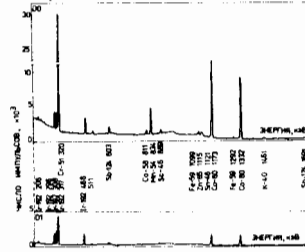


Рис. 2. Спектры γ -излучения хромита, облученного нейтронами (верх: простой γ -спектр, низ: спектр γ - γ -совпадений).

Результаты, представленные в табл. 3, показывают, что в пределах нескольких процентов выходы ^{192}Ir и ^{188}Ir из хромита равны. Полученные значения Pt и Au в некоторых материалах с использованием радиоактивных меток (для определения их выходов) значительно не отличаются от концентраций, ранее определенных стандартными методами (см. табл. I и 4). Это позволяет считать, что изотопный обмен за время опыта проходил достаточно полно, и по поведению добавленных радиоизотопов можно судить о выходе благородных металлов.

Абсолютное количество Pt и Au на химических фильтрах из Al_2O_3 определяли γ -активационным методом на микротроне ЛЯР (интенсивность пучка электронов $10^{14} - 10^{15} \text{ с}^{-1}$, энергия 23 МэВ) при флюенсе γ -квантов 10^{17} см^{-2} . После этого регистрировали образовавшиеся ^{197}Pt ($E_{\gamma} = 77,4$ кэВ), ^{196}Au (66,8 и 356 кэВ) и добавленные радиоизотопы благородных металлов с помощью Ge-детектора объемом 2 см^3 и разрешением 0,6 кэВ и Ge(Li)-детектора объемом 50 см^3 и разрешением около 3 кэВ.

Для определения Ir и Au в коллекторе из MgO его облучали нейтронами (флюенс 10^{13} см^{-2}), полученными также на микротроне^{7/}, с целью регистрации ^{192}Ir (317 и 468 кэВ) и ^{198}Au (412 кэВ). Продолжительность облучения при γ и n-активации составила 5 ± 10 часов, охлаждения - несколько часов, измерения - 5 ± 30 минут.

Выбор наиболее оптимального коллектора (при γ -активации Al_2O_3 , при n -активации - MgO) определялся необходимостью снижения фона от ^{24}Na , образующегося при γ -активации Mg по реакции (γ, p) и из примесей природного Na в Al_2O_3 при n -активации.

Рентгенофлуоресцентный анализ применяли для определения Pt и Au в полученных концентратах - таблетках из MgO при работе с образцами с высоким содержанием анализируемых элементов.

Использовали ^{109}Ca - источник возбуждения активностью $10 - 20$ мКи и $Si(Li)$ -полупроводниковый детектор [8]. Время измерения $10 \div 30$ минут.

Результаты и обсуждение

1. Степень возгонки элементов из образцов

В табл. 2 показаны степени возгонки элементов при предварительном отжиге в токе аргона в присутствии графита. Видно, что Pt , Ir , Au , Ru , Rh , Os и Re практически не возгонялись ввиду низкой летучести этих металлов. Однако более половины серебра, обладающего значительной летучестью, уносилось газовым потоком. Сурьма количественно возгонялась из медно-молибденового концентрата при предварительном отжиге, что благоприятствует последующему анализу, т.к. изотопы Sb дают большой фон при n - и γ -активации на микротронне получаемых в дальнейшем концентратов. Также отгонялась большая часть серы.

Как видно из данных табл. 3, в токе воздуха благородные металлы и Re возгоняются из опробированных образцов самых различных типов. При этом такие элементы, как Ca , Mg , Ti , Fe , Si , Mn , Al , составляющие основу матрицы пород, и многие другие элементы, имеющие нелетучие оксиды, не возгоняются.

Добавление TiO_2 заметно повышает выход всех изученных благородных металлов. Особенно значительно, в 2 раза, увеличивается выход иридия. По-видимому, TiO_2 реагирует с компонентами матриц пород (Fe_2O_3 , CaO , MgO , оксиды 3-й группы элементов и др.), которые в отсутствие реагента препятствуют возгонке благородных металлов вследствие образования двойных соединений, например, Ca_4PtO_6 [9].

Приблизительно такие же результаты, как и с TiO_2 , получились при нагревании образцов с Nb_2O_5 .

Исследовано также влияние на возгонку платиноидов Re и Au хлоридсодержащего реагента - $FeCl_2$. Он обеспечивает более высокий выход всех изученных элементов, кроме Rh . При $1200^\circ C$ их выход из образцов различных типов (см. табл. 3) составлял (%): $Ir - 76 \pm 11$,

$Pt - 84 \pm 9$, $Re - 96 \pm 2$, для Os - около 90 и для Ru и Rh - около 50.

Особенно эффективен $FeCl_2$ при возгонке Au : при низком содержании Au степень возгонки достигает $97 \div 99\%$ (табл. 3) и при концентрации 300 г/т в медном концентрате его выход все же около 90%, что во много раз превышает степень возгонки в отсутствие хлорида (рис. 3).

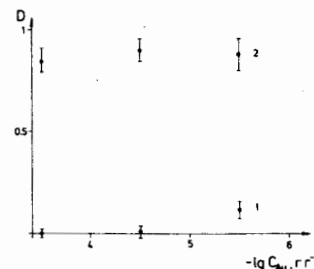


Рис. 3. Степень возгонки (D) в токе воздуха золота из медного концентрата в зависимости от содержания металлического Au при добавлении Nb_2O_5 . Температура - $1200^\circ C$, $v = 5$ л/ч; $t = 1,5$ ч; $d = 35$ мм; $m = 15$ г. 1 - без хлорирующего агента, 2 - в присутствии $FeCl_2$.

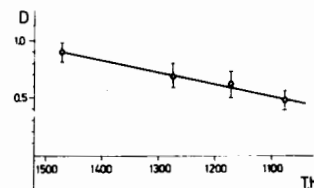
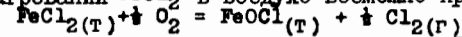


Рис. 4. Степень возгонки (D) золота из медного концентрата (с добавками Nb_2O_5 и $FeCl_2$), нагреваемого в потоке воздуха при разных температурах. Концентрация золота 300 г/т, $m = 2$ г; $t = 1,5$ ч, $v = 3$ л/ч, $d = 35$ мм.

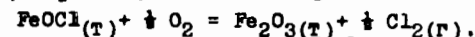
На рис. 4 показана зависимость степени возгонки Au из медного концентрата в присутствии $FeCl_2$ от температуры.

Действие добавок $FeCl_2$ можно объяснить следующим образом.

При нагревании $FeCl_2$ в воздухе возможно протекание реакции

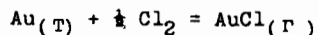


($\Delta H_{298}^0 = -64$ кДж моль $^{-1}$ и $\Delta S^0 = 30,1$ Дж моль $^{-1}$ град $^{-1}$ /10), которая уже при температуре значительно ниже $1200^\circ C$ приводит к исчезновению $FeCl_2$. В дальнейшем, вероятно, имеет место реакция



Как следует из термодинамических данных [10], константа этой реакции невелика и слабо зависит от температуры. Возможна также реакция с образованием $FeCl_3$ в газовой фазе. Таким образом, образование оксихлорида железа, видимо, продляет присутствие твердого хлорирующего агента в образце.

В дальнейшем происходит хлорирование и возгонка металлов, например, по реакции



($\Delta H_{298}^{\circ} = 196,5 \text{ кДж моль}^{-1}$; $\Delta S^{\circ} = 188,1 \text{ Дж моль}^{-1}\text{град}^{-1}$ и $\Delta Q_{1273}^{\circ} = -43,1 \text{ кДж моль}^{-1}$).

Таким образом, при применении реагентов TiO_2 , Nb_2O_5 , и особенно FeCl_2 , значительно повышается степень возгонки анализируемых элементов в токе воздуха. Однако следует отметить, что в присутствии FeCl_2 увеличивается летучесть и других элементов, мешающих анализу, возгонка которых требует введения дополнительной очистки с помощью химических фильтров.

2. Осаждение элементов на химических фильтрах

На рис. 5 показаны результаты поглощения благородных металлов на фильтре из Nb_2O_5 , использовавшемся для очистки от мешающих элементов, и на фильтрах из MgO или Al_2O_3 , которые служили коллекторами благородных элементов.

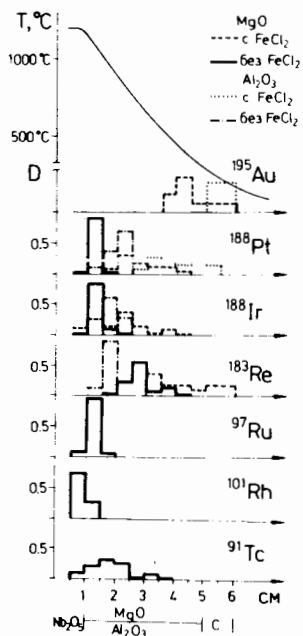


Рис. 5. Распределение элементов в термохроматографических колонках, заполненных Nb_2O_5 , MgO , Al_2O_3 и графитом, после возгонки в токе воздуха из образца гарцбургита в отсутствие и в присутствии FeCl_2 ($d = 7 \text{ мм}$, $t = 1 \text{ ч}$, $v = 5 \text{ ч/л}$).

Распределение элементов по фильтрам незначительно отличалось при возгонке из образцов разных типов.

Фильтр из Nb_2O_5 при $1000 - 1200^{\circ}\text{C}$ в отсутствие^{5/} и в присутствии хлорирующего агента в образце поглощает некоторые мешающие анализу элементы (As , W , Sb , Cd , Pb и Zn), возгоняющиеся из образца.

Коэффициенты очистки, например, от W и Pb достигали 10^6 . Из изученных благородных металлов только Rh сорбируется на Nb_2O_5 , вероятно, вследствие образования RhNbO_4 /11/.

В присутствии хлорида железа в исходном образце Re , Ir , Pt и Au в колонке, заполненной MgO или Al_2O_3 , сорбируются при более низких температурах, чем в отсутствие хлорирующего агента. Как видно из рис. 5, в определенных условиях достигается отделение Pt и Ir от Re и Au методом термохроматографии на MgO и Al_2O_3 , что важно для последующего рентгенофлуоресцентного анализа коллектора.

3. Возможности определения Au, Ir и Pt

Пределы обнаружения Au и Ir в коллекторе из MgO при их активации нейтронами на микротроне составляли около $0,1$ и 1 мкг соответственно. Чувствительность для Pt при нейтронной активации была во много раз хуже. В то же время при активации Pt тормозными гамма-квантами микротрона в коллекторе из Al_2O_3 предел ее обнаружения достигал 1 мкг , $\text{Au} - 0,1 \text{ мкг}$.

Предварительное концентрирование благородных металлов из навесок породы максимальной массы 50 г позволяет получить пределы обнаружения для $\text{Ir} - 3 \cdot 10^{-2}$, $\text{Au} - 4 \cdot 10^{-3}$ и $\text{Pt} - 3 \cdot 10^{-2} \text{ г/т}$.

С использованием метода рентгенофлуоресцентного анализа можно определить около 20 мкг , т.е. $0,4 \text{ г/т}$ в исходной породе.

В таблице 4 показано содержание благородных металлов, определенное нами в изученных породах. Химический выход металлов определяли исходя из поведения радиоактивных метчиков. Как следует из табл. 4, S_r находится в пределах $0,14 \div 0,25$ при $n = 3 - 4$.

Общая продолжительность анализа, включая химическую переработку, облучение на микротроне и γ -измерения составляет около 30 часов.

Степень возгонки благородных элементов мало отличается для образцов разных типов, хотя и не всегда близка к 100% . Поэтому в рядовых случаях можно анализировать породы и без применения радиоактивных метчиков, вводя поправки на средний химический выход. При этом точность определения, однако, вряд ли будет лучше 30% , но производительность анализа возрастет.

Таким образом, данная методика с использованием хлорирующего реагента FeCl_2 позволяет эффективно выделять благородные металлы и рений из образцов самых различных типов массой до 50 г и определять их.

В заключение авторы выражают благодарность академику Г.Н.Флерову и члену-корреспонденту АН ЧССР И.И.Зваре за постоянный интерес и полезные советы, Ю.С.Короткину и С.Н.Дмитриеву за предоставление некоторых образцов и обсуждение результатов.

Литература

1. Жуиков Б.Л., Понeko Г.С., Ван Тху Хюнг. Ж. аналит. химии, т. 41, № 9, 1986, с. 1653.
2. Жуиков Б.Л., Понeko Г.С., Ортега Х.Д. В кн.: Физика тяжелых ионов-85, сборник аннотаций, ОИЯИ, Р8-96-322, Дубна, 1986, с. 32.
3. Чубурков Ю.Т., Гарбин Ш., Альперт Л.К., Покровский В.К., Чан Зуй Тн. В кн.: Физика тяжелых ионов-85, сборник аннотаций, ОИЯИ, Р7-86-322. Дубна, 1986, с. 33.
4. Сагтаров Г., Кист А.А., Давыдов А.В., Хатамов Ш. Радиохимия, 1984, т.26, № 6, с. 779.
5. Zhuikov B.L., Popeko G.S., Ortega H.D., J.Radioanal.Nucl. Chem. Letters, 1987, 117 (1), p. 11.
6. Жуиков Б.Л. Isotopenpraxis, 1981, Bd 17, N. 12, p. 411.
7. Мучко В.Е., Глейбман Э.М. В кн.: Физика тяжелых ионов-85. ОИЯИ, Р7-86-322, Дубна, 1986, с. 69.
8. Муравлева Е.М. Сообщение ОИЯИ, I4-80-358, Дубна 1980, с. 11.
9. Жуиков Б.Л. Сообщение ОИЯИ, P12-82-63, Дубна 1982, с. 20.
10. Рузинов Л.П., Гуляницкий Б.С. Равновесные превращения металлургических реакций. М.: Металлургия, 1975, с. 289.
11. Галахов Ф.И. Диаграммы состояния систем тугоплавких оксидов: Справочник. Выпуск пятый. Двойные системы. Часть 2 (Институт химии силикатов им. И.В.Гребенщикова). Л.: Наука, 1986, с. 258.

Рукопись поступила в издательский отдел
10 августа 1988 года.

Чубурков Ю.Т. и др.

18-88-616

Газохимическое концентрирование благородных металлов
для определения их содержания в природных материалах

Изучено концентрирование благородных металлов из пород различных типов /сульфидные руды, хромиты, гарцбургиты, железомарганцевые конкреции и др./ путем химической возгонки в потоке воздуха при температуре $1000 \pm 1200^\circ\text{C}$. Найдено, что степень возгонки Au, Pt, Ir, Ru, Os и Re существенно увеличивается при внесении в образцы добавок FeCl_2 , TiO_2 и Nb_2O_5 , мало зависит от типа породы и составляет от 60 до 98%. Разработанная методика позволяет определять содержание благородных металлов в образцах большой массы /до 50 г/, имеющих широкий диапазон концентраций определяемых элементов. Предварительное концентрирование с использованием γ - и n -активации на микротроне позволяет достичь пределов обнаружения для Pt и Ir - $3 \cdot 10^{-2}$, а для Au - $4 \cdot 10^{-3}$ г/т. При использовании рентгенофлуоресцентного анализа предел обнаружения этих элементов составляет 0,4 г/т.

Работа выполнена в Лаборатории ядерных реакций ОИЯИ.

Препринт Объединенного института ядерных исследований. Дубна 1988

Перевод авторов

Chuburkov Yu.T. et al.

18-88-616

The Gas-Chemical Concentration of Noble Metals
for Their Determination in Terrestrial Samples

The possibility of concentrating noble metals from terrestrial samples of various composition /e.g. sulfide ores, chromites, garzburgites, ferromanganese nodules, etc./ by chemical sublimation in an air stream at a temperature of $1000-1200^\circ\text{C}$ was investigated. It was found that the chemical yields of Au, Pt, Ir, Ru, Os and Re for all samples were increased introducing the solid additives FeCl_2 , TiO_2 and Nb_2O_5 . The present technique of concentration provides the possibility of determining some noble metals in massive samples /up to 50 g/ with the widely ranging contents of these elements. By using gamma and neutron activation on a microtron, the detection limits for Pt and Ir were set at $3 \cdot 10^{-2}$ ppm and $4 \cdot 10^{-3}$ ppm for Au. In the case of using X-ray fluorescence analysis the detection limit for these elements is 0.4 ppm.

The investigation has been performed at the Laboratory of Nuclear Reactions, JINR.

Preprint of the Joint Institute for Nuclear Research. Dubna 1988