

КҮМІС ПЕН АЛТЫННЫҢ АФФИНАЖЫНЫҢ КЕКІНЕН ПАЛЛАДИЙ(II) ИОНДАРЫН СЕЛЕКТИВТІ БӨЛІП АЛУ

Қанай Гүлбану Бақытханқызы, Киікбай Мөлдір Киікбайқызы

kanaibany@gmail.com, moldirkiikbai@mail.com

Л.Н. Гумилев атындағы Еуразия ұлттық университетінің магистранттары,

Нұр-Сұлтан, Қазақстан

Ғылыми жетекшісі – К.С.Тосмағанбетова

Палладийдің жекелей қасиеттері оны қазіргі техника мен технология саласында таптырмас етеді. Ол электротехникада, химиялық технология, материалтану, зергерлік, медицина, автоқұрылыс саласында көр қолданылады.[1] Бұл осы металдың сульфидті, аффинажды, хромитті кендерінен өндірісін арттырады. Платина топтарының металдары табиғатта кристалды формада көптеген түсті және сирек металдардың минералды түрінде шашыраңқы түрде кездеседі[2-3].

Атомды абсорбциялық спектроскопияда ең көп қолданатын инструментальды әдістердің ішінде көп қолданылатыны табиғи объектілерде кездесетін сынамааларын ерітіндіге ауыстырып, олардың ізді мөлшерін анықтау болып табылады. Себебі, бұл әдіс палладий, платина, алтын үшін матрицалық компоненттері жоқ ерітінділерді төменгі анықтау шегін береді. Асыл металдардың атомизациясы карбидтер, оксидтерінің тұрақсыз қосылыстарын түзіп, жоғары температурада ыдырап кетуі болмайды[5].

Жұмыстың өзектілігі. Екіншілік шикізат сияқты құрамы ауыспалы күрделі геологиялық объектілерде палладий сияқты асыл металдарды жеңіл және тез анықтау маңыздылығы жылдан-жылға артып келеді. Электротермиялық атомизациясы бар атомды-абсорбциялық спектрометрия әдісінің сезімталдығымен талғамдылығы мөлшері $n \cdot 10^{-5}$ деңгейдегі асыл металдарды анықтауға жеткілікті. Сонда да, күрделі объектілерде палладийді тікелей анықтау мүмкін емес. Бұл темір, мыс, мырыш, никель сияқты сынама негізі компоненттерінің спектральды және спектральды емес әдістерімен шартталған. Бұл мәселені шешудің дәстүрлі жолы-компоненттерді бөлу. Алайда, екіншілік шикізат құрамы бойынша көп ерекшеленуі мүмкін, ал асыл металдарды бөлудің әмбебап әдістемесінің болмауы, объектілердің әрбір тобы үшін өзіндік талдау сызбасының болу қажеттілігін тудырады. Сондықтан электротермиялық атомдық-абсорбциялық спектрометр ЭТААС әдісімен әрі қарай анықтауға ыңғайлы, бірауақытта асыл металдардың химиялық формуласын алуға болатын жеңіл бөлу әдісін іздеу қажет. Мұндай әдісті жасау, талдау нәтижелеріне сынама негізінің әсерін төмендетуге және анықтауды тездетуге мүмкіндік береді.

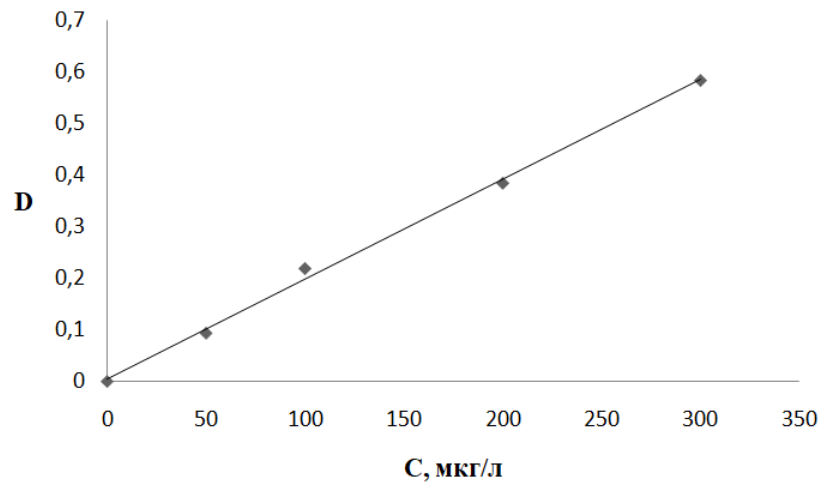
Жеңіл балқитын органикалық зат негізіндегі салыстыру үлгілері талданатын үлгілермен құрамы бойынша біркелкілігімен сипатталады, бұл стандартты үлгілерді дайындау сияқты аналитикалық химияның тағы бір маңызды мәселесін шешуге мүмкіндік береді.

Жұмыстың мақсаты. Геологиялық нысандардан палладий(II)-ні және оған серіктес элементтерді күміс пен алтынның аффинажының кекінен селективті бөліп алу.

Жұмыстың жаңалығы. Қаттыэкстрактілерде палладий(II)-ні экстракциялау және атомды-абсорбциялық анықтау негізіндегі біріктірілген әдістерді құрастыруға ЖБОЗ және оның қоспаларын қолдану ыңғайлы болғанына қарамастан, бұл бағыттағы жұмыстар кездеспейді.

Тәжірбиелік бөлім. Палладийді күміс пен алтынның аффинажының кекінен селективті және сандық бөліп алу мақсатында сулы ортаның рН әсерін зерттеу.

Градуирленген график тұрғызу. Палладийдің атомдық абсорбциялық спектрін алу үшін мемлекеттік стандарттық үлгідегі (МСУ) палладий сынама алынып, концентрациясы 20-300 мкг/л интервалдарына келтіріліп спектрометрде түсірілді. Алынған нәтижелер бойынша градуирленген график салынды.



1 -сурет стандартты үлгідегі палладий сынама атомдық абсорбциялық анықтаудың градуирленген графигі

Сулы фазаның қышқылдығы әсері. Сулы фазаның қышқылдығы металл иондарын бөліп алу процесінің селективтілігіне әсер етуші негізгі факторлардың бірі болып табылады. Металл мен қолданылатын экстрагент табиғаты сондай-ақ металл бөлініп алынатын рН интервалына да әсер етеді. Палладийдің экстрагентпен түзетін комплексінің тұрақтылығы орталық атоммен қатар лигандтың да жеке физико-химиялық қасиеттеріне де байланысты. Әртүрлі комплекстердің тұрақтылық константа мәндерін пайдалана отырып, анықталатын металға кедергі болатын иондарды жеке бөліп алу мүмкіндігіне қол жеткізуге болады.

Жұмыстың барысы.

1. Титрі 1 мг/мл болатын палладийдің 0,5 мл стандартты ерітіндісіне көлемі 19,5 мл болатын ионсыздандырылған суды қосып алынған ерітіндінің сутектік көрсеткішін өлшеу. Қажетті мәнге жеткізу үшін азот қышқылы HNO_3 мен аммиақтың сулы ерітіндісі NH_3 пайдаланылды.

2. Зерттелетін ерітіндіге стеарин қышқылының 4 г салып, қажетті температураға термостатты жеткізген соң сынама балқығанша қыздыру жүргізілді.

3. Қоспаны суытқаннан кейін қатты фаза мен сұйық фаза ажыратылды. Сұйық фазаның ортасы, яғни тепе-теңдіктегі рН мәні анықталды.

Зерттеу оптималды жағдайларда 80°C 3 минут жүргізілді.

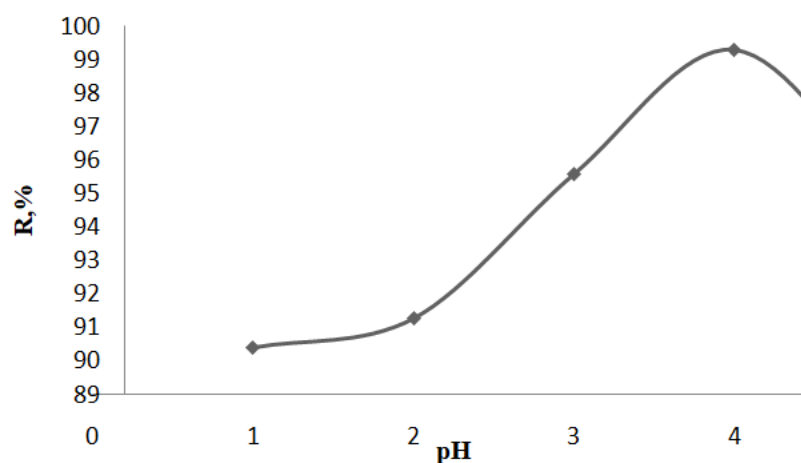
Металл концентрациясы 10^{-4} моль/л, рН мәні 1-4 интервалында жүргізілді. Есептеулер бойынша палладий концентрациясы 10^{-4} моль/л, рН мәні 1,1-3,6 болған кезде экстракциялану дәрежесі 90-96% рН=3,6 жеткенде бұл шама 99,5-ке дейін жетеді. Ал, ары қарай 85-95% диапазонында болады. Сулы фазаның экстракциялану дәрежесі өскен сайын рН мәні де артады. рН=3,6 мәнінде экстракциялаудың ең жоғарғы шегіне жетіп ары қарай экстракциялану дәрежесі рН артқан сайын төмендеп отырады.

Алынған нәтижелерді есептеулер 1- кестеде және 1,2 суреттерде келтірілген.

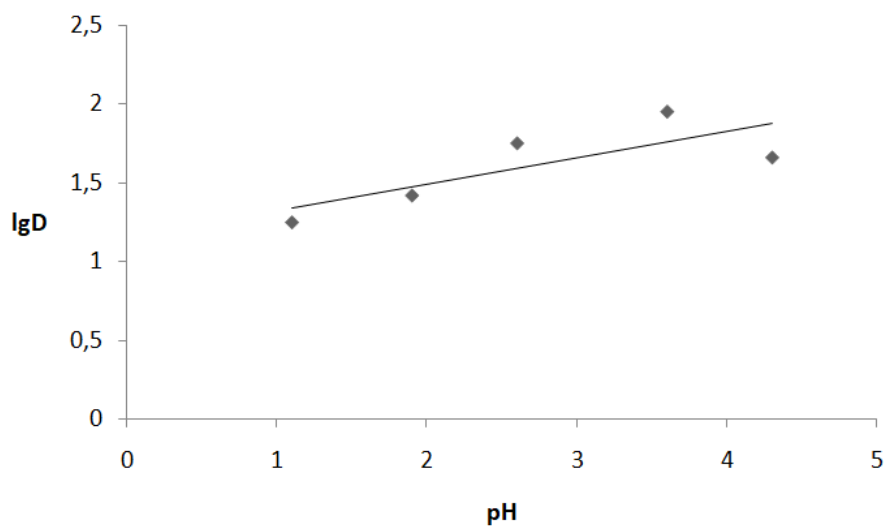
Алынған нәтижелер бойынша палладий(II) иондарын селективті бөлудің оңтайлы шарттары анықталды.

1-кесте. Палладийді стеарин қышқылымен әртүрлі рН мәндеріндегі экстракциялау нәтижесі

№	рН _т	С _{сулы фаза}	С _{орг.фаза}	D	lgD	R,%
		10 ⁻⁴ , г/л	10 ⁻⁴ , г/л			
1	1,1	9,46	90,4	17,4	1,25	90,4
2	1,9	8,31	91,3	26,4	1,42	91,3
3	2,6	2,54	95,6	56,7	1,75	95,6
4	3,6	0,7	99,5	88,4	1,95	99,5
5	4.3	3,01	94,7	45,8	1,66	94,7



2-сурет. Палладийді(II) экстракциялау қисығы



3-сурет. Палладийдің таралу коэффициентінің орта қышқылдығынан тәуелділік графигі

Қорытынды

Жасалған зерттеулер нәтижесі бойынша, бұл мақалада палладиді стеарин қышқылымен экстракциялап, сулы ерітіндіден экстракциялану дәрежесі 99,5% дейінгі мөлшерде болатын бөліп алуға болатындығы анықталды. Сондай-ақ бөліп алу үшін оптимальды жағдайлар ұсынылды. Асыл металдарды бөліп алуда атомдық- абсорбциялық анализді қолдану жоғарығы дәлдікті қамтамасыз етеді.

Қолданылған әдебиеттер тізімі

1. Лихачев А. П. Платино-медно-никелевые и платиновые месторождения. М.: Эслан, 2006. 496 С.
2. Ravindra K., Bencs L., van Grieken R. Platinum group elements in the environment and their health risk // *Sci. Total Environ.* 2004. V. 318.1. 1-3. P. 1-43.
3. Zereini F., Alt F. Palladium emissions in the environment. Springer-Verlag, 2006. 639 P.
4. Iavicoli I., Bocca B., Carelli G., Caroli S., Caimi S., Alimonti I., Fontana L. Biomonitoring of tram drivers exposed to airborne platinum, rhodium and palladium // *Occupational and environmental health.* 2007. V. 81.1. 1. P. 109-114.
5. Barbante C., Veysseyre A., Ferrari C., Van de Velde K., Morel C., Capodaglio G., Cescon P., Scarponi G., Boutron C. Greenland snow evidence of large scale atmospheric contamination for platinum, palladium and rhodium // *Environ. Sci. Technol.* 2001. V. 35.1. 5. P. 835-839.