

УДК 543.423

ПРИМЕНЕНИЕ УСТАНОВКИ «ПОТОК» И АНАЛИЗАТОРА МАЭС ПРИ ПОИСКОВЫХ РАБОТАХ НА ЗОЛОТО

© М. С. Малюгин, Л. В. Гребиневская¹*Статья поступила 7 октября 2014 г.*

Рассмотрено применение оборудования ООО «ВМК-Оптоэлектроника» для анализа горных пород и золотосодержащих руд, а также руд цветных металлов в Байкальском филиале «Сосновгеология» Федерального государственного унитарного геологического предприятия «Урангеологоразведка» при поисковых работах на золото. Показаны преимущества его использования в сравнении с классическим приближенно-количественным атомно-эмиссионным анализом (спектро-золотометрия) с визуальной интерпретацией спектра. Выбраны аналитические линии для определения золота, обеспечивающие удовлетворительное качество результатов, соответствующее требованиям отраслевых инструктивных документов, проведена оценка метрологических характеристик методики анализа.

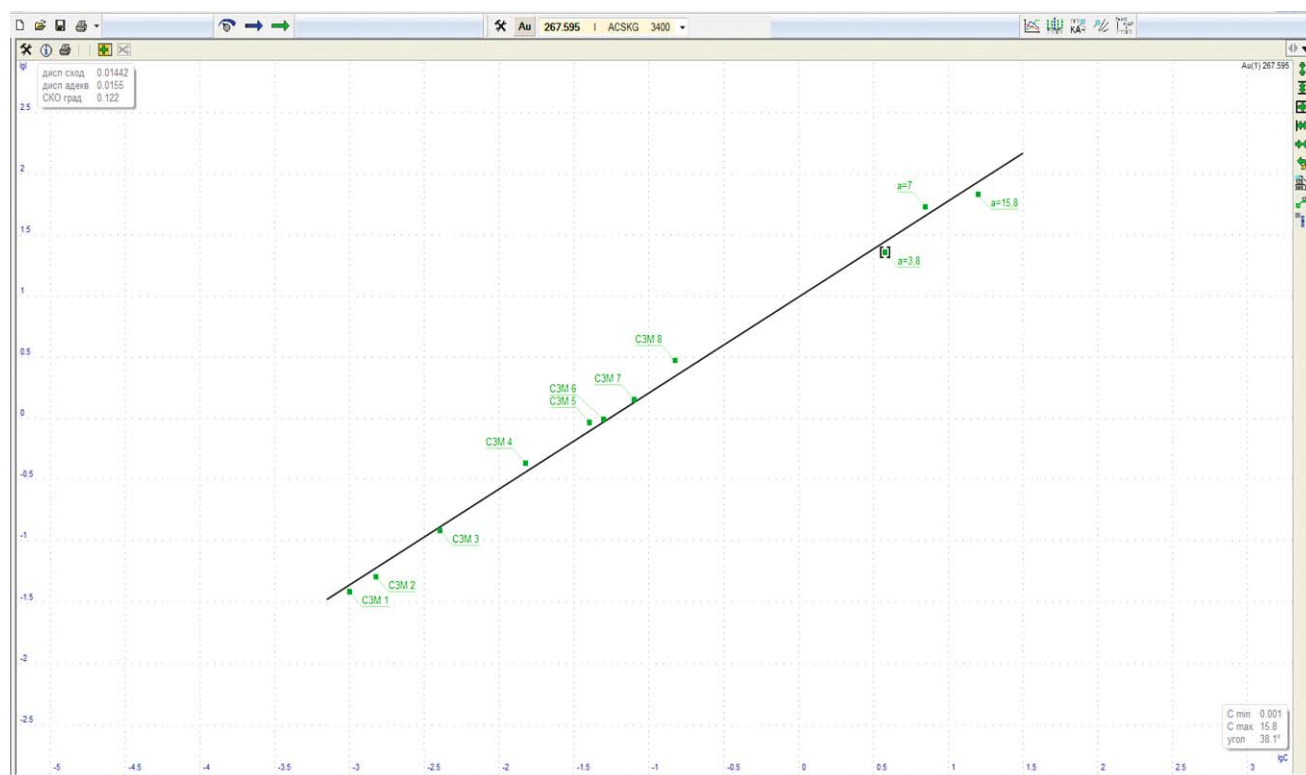
Ключевые слова: многоканальный анализатор эмиссионных спектров; атомно-эмиссионный спектральный анализ; дуга переменного тока; методика анализа.

Приближенно-количественный метод атомно-эмиссионного спектрального анализа на золото с предварительным концентрированием является основным при поисково-разведочных работах. Учитывая многолетний опыт применения этого метода с фотографической регистрацией спектра способом просыпки, центральная аналитическая испытательная лаборатория

(ЦАЛ) проводит работы по адаптации существующей методики анализа к спектральной установке, созданной на основе спектрографа СТЭ-1 путем его оснащения системой регистрации спектров — многоканальным анализатором эмиссионных спектров МАЭС [1 – 3] и электродуговой установкой для анализа порошковых проб методом просыпки-вдувания «Поток» [4] производства компании «ВМК-Оптоэлектроника».

Ранее нами были показаны преимущества применения МАЭС для автоматизации многоэлементного дугового атомно-эмиссионного анализа [5]. При этом

¹ Центральная аналитическая испытательная лаборатория, Байкальский филиал «Сосновгеология» ФГУПП «Урангеологоразведка» МПРиЭ РФ, г. Иркутск, Россия; e-mail: malyugin@sosnabf.ru



Градуировочный график для определения Au

необходимо принимать во внимание, что на стадии поисково-оценочных геологоразведочных работ требования к точности, характеризующей результаты определения элементов, не так высоки, как при геохимических исследованиях [6, 7]. Основное значение имеет высокая производительность работ. За основу при определении золота в горных породах взята методика его полуколичественного химико-спектрального определения, разработанная одним из авторов в ЦАЛ БФ «Сосновгеология» в 1987 г.

Методика включает переведение металла (в данном случае золота) из порошковой пробы в раствор с помощью царской водки, сорбционное концентрирование золота на кремнийорганическом сорбенте ПСТМ-3Т и атомно-эмиссионное определение с возбуждением спектра в дуговом разряде при введении пробы способом просыпки на установке «Поток» с регистрацией спектра с помощью анализатора МАЭС.

Преимущества ПСТМ-3Т по сравнению с традиционно используемым в спектрозолотометрии активированным углем и рядом других полимерных и органических сорбентов следующие: удобная форма (после озоления представляет собой сыпучий продукт, состоящий из диоксида кремния), высокая селективность (50 000-кратные количества сопутствующих элементов не оказывают влияния на сорбцию), большая емкость (0,7 г золота на 1 г сорбента), возможность проведения сорбции из растворов любых кислот (кроме фтористоводородной) и их смесей любой концентрации.

Испарение золота и возбуждение его спектра осуществляют в дуге переменного тока частотой 100 Гц при силе тока 21 А и времени 22 с. Спектры регистрируют после обжига в течение 7 с с целью исключения загрязнения материалом предыдущей анализируемой пробы. Накопление информации о спектре проводят в течение последующих 14 с. После 20 – 30 мин работы корректируют темновой ток линеек фотодиодов анализатора МАЭС.

На рисунке приведен градуировочный график для определения золота в горных породах и рудах. Как видно из графика, результаты анализа стандартных образцов различного состава хорошо ложатся на одну прямую. Этот факт делает возможным определение элементов по единым градуировочным графикам в отличающихся по составу пробах.

В соответствии с действующими в отрасли инструктивными документами — ОСТ 41-08-214-04 и ОСТ 41-08-265-04, определяющими требования к методикам при их разработке и процедуру оценки качества результатов анализа, рассчитали: внутрилабораторную прецизионность, значимость систематического расхождения при внутрилабораторном контроле качества, запас точности, а также оценили категорию анализа. В табл. 1 приведены результаты оценки значимости систематического расхождения результатов определения различных содержаний золота, а в табл. 2 — результаты расчетов запаса точности при определении золота в 16 пробах и категория анализа

Таблица 1. Оценка значимости систематического расхождения результатов определения различных содержаний золота

Диапазон определяемых содержаний, г/т	Критерий знаков		Отн. систем. расхождение, %	Среднеквадратическое отклонение разностей G_d	Критерий Стьюдента		Критерий «ничтожной погрешности»
	+	–			$t_{расч}$	$t_{табл}$	
0,0010 – 0,0019	8	8	–2,5	0,00036	0,41	2,12	$0,214 \leq 0,33$
0,0020 – 0,0049	6	10	–1,2	0,00091	0,16	2,12	$0,128 \leq 0,33$
0,0050 – 0,0099	9	7	–0,5	0,00151	0,08	2,12	$0,072 \leq 0,33$
0,010 – 0,019	10	6	1,4	0,00367	0,21	2,12	$0,219 \leq 0,33$
0,020 – 0,049	9	7	0,7	0,01093	0,09	2,12	$0,115 \leq 0,33$
0,050 – 0,099	7	9	1,7	0,00954	0,47	2,12	$0,255 \leq 0,33$
0,10 – 0,19	8	8	–1,8	0,02816	0,36	2,12	$0,278 \leq 0,33$
0,20 – 0,49	9	7	–2,2	0,03304	1,06	2,12	$0,333 \leq 0,33$
0,50 – 0,99	7	9	–1	0,05495	0,55	2,12	$0,153 \leq 0,33$
1,0 – 1,9	10	6	1,8	0,28635	0,35	2,12	$0,277 \leq 0,33$
2,0 – 4,9	9	7	0,4	0,50183	0,11	2,12	$0,054 \leq 0,33$

в соответствии с требованиями НСАМ. Из данных табл. 1 можно сделать вывод о незначимости систематического расхождения для всего диапазона определяемых содержаний золота.

Таким образом, оборудование, выпускаемое «ВМК-Оптоэлектроника» с программой «Атом», вполне соответствует требованиям, предъявляемым к качеству аналитических исследований в геологической отрасли, и может использоваться при определении золота в поисковых пробах. Регистрация спектров с помощью анализатора МАЭС обеспечивает ряд преимуществ по сравнению с фотографическим способом: более высокую производительность работ, достоверность получаемых результатов за счет исключения ряда субъективных факторов, присущих фотографическому способу.

Метрологические характеристики разработанной методики анализа, оцененные в соответствии с отраслевыми инструктивными документами, удовлетворяют требованиям, предъявляемым при поисково-разведочных работах, и сопоставимы с аналогичными для классического способа. По запасу точности методика соответствует IV – V категориям анализа по классификации НСАМ.

ЛИТЕРАТУРА

1. Лабузов В. А., Гаранин В. Г., Шелпакова И. Р. Многоканальные анализаторы атомно-эмиссионных спектров. Современное состояние и аналитические возможности / Журн. аналит. химии. 2012. Т. 67. № 7. С. 697 – 707.
2. Путьмаков А. Н., Попов В. И., Лабузов В. А., Борисов А. В. Новые возможности модернизированных спектральных приборов / Заводская лаборатория. Диагностика материалов. 2007. Т. 73. Специальный выпуск. С. 26 – 28.
3. Лабузов В. А., Кайдалов С. А., Щербакова О. И., Коше-ров В. В. Метрологическое обеспечение комплексов при-

Таблица 2. Запас точности и категория анализа при определении различных содержаний золота

Диапазон определяемых содержаний, г/т	Среднеквадратическое отклонение относительной погрешности		Запас точности z	Категория анализа
	допустимое (III кат.)	фактическое		
0,0010 – 0,0019	12	24	0,5	IV
0,0020 – 0,0049	9	28	0,3	V
0,0050 – 0,0099	6,5	22	0,3	V
0,010 – 0,019	6,5	27	0,2	V
0,020 – 0,049	6,5	33	0,2	V
0,050 – 0,099	6,5	14	0,5	IV
0,10 – 0,19	6,5	20	0,3	V
0,20 – 0,49	6,5	8	0,8	IV
0,50 – 0,99	6,5	7	0,9	IV
1,0 – 1,9	6,5	21	0,3	V
2,0 – 4,9	6,5	14	0,5	IV

боров для атомно-эмиссионного спектрального анализа с анализаторами МАЭС / Заводская лаборатория. Диагностика материалов. 2007. Т. 73. Специальный выпуск. С. 40 – 46.

4. Гаранин В. Г., Рашенко В. В. Программируемые генераторы для возбуждения атомно-эмиссионных спектров «Шаровая молния» / Заводская лаборатория. Диагностика материалов. 2012. Т. 78. № 1. Ч. II. С. 54 – 58.
5. Малюгин М. С., Гребинская Л. В. Метрологические характеристики ПКАЭА на установке «Поток» с анализатором МАЭС / Материалы XIII Международного симпозиума «Применение анализаторов МАЭС в промышленности». Новосибирск, 2013. С. 95 – 97.
6. Васильева И. Е., Шабанова Е. В., Васильев И. Л. Применение МАЭС для автоматизации дугового атомно-эмиссионного анализа / Аналитика и контроль. 2005. Т. 9. № 2. С. 150 – 156.
7. Васильева И. Е., Шабанова Е. В. Дуговой атомно-эмиссионный анализ для исследования геохимических объектов / Заводская лаборатория. Диагностика материалов. 2012. Т. 78. № 1. Ч. II. С. 14 – 24.