

**РАЗРАБОТКА АМПЕРОМЕТРИЧЕСКИХ МЕТОДОВ  
ОПРЕДЕЛЕНИЯ ИОНОВ Pt(IV), Pd(II) И Au(III)  
СЕРОСОДЕРЖАЩИМИ РЕАГЕНТАМИ**

*Яхшиева Зухра Зиятовна*

*канд. хим. наук, старший научный сотрудник-соискатель,  
Национальный университет Узбекистана им. М. Улугбека,  
100174, Республика Узбекистан, г. Ташкент, ВузгородокНУУз.  
E- mail: [yaxshiyeva67@mail.ru](mailto:yaxshiyeva67@mail.ru)*

**DEVELOPMENT OF AMPEROMETRICAL METHODS  
OF DETERMINATION OF IONS Pt(IV), Pd(II) AND Au(III)  
BY SULFUR-CONTAINING REAGENTS**

*Zukhra Yakhshieva*

*Candidate of Chemical Sciences, Senior Research Scientist, Degree Seeking  
Applicant, National University of Uzbekistan named after M. Ulugbek,  
100174, Uzbekistan, Tashkent, Vuzgorodok NUUZ*

**АННОТАЦИЯ**

Необходимость изучения платиновых металлов и золота в природе для решения важных геохимических проблем и установления форм их нахождения в основных промышленных источниках требует разработки новых методов определения этих элементов в большом числе разнообразных природных объектов: метеоритах, горных породах и рудах силикатной природы, сульфидных медно-никелевых рудах, минералах, связанных с ультраосновными и важными для народного хозяйства породами.

Аналізу платиновых металлов и золота подвергаются многочисленные продукты и полупродукты переработки сырья: медные и медно-никелевые шламы; продукты аффинажа; чистые металлы и сплавы благородных металлов, применяемые в различных областях техники, ювелирном, зубопротезном

и зубо-врачебном деле; предметы для покрытия платиновыми металлами, катализаторы, сточные воды и другие.

С целью разработки амперометрических методик определения Pt(IV), Pd(II), Au(III) и метрологической оценки полученных экспериментальных данных было изучено вольтамперометрическое поведение серосодержащих реагентов и их металлокомплексов Pt(IV), Pd(II), Au(III) на платиновом микродисковом аноде в различных по природе и концентрации буферных растворах и фоновых электролитах. Показана возможность использования этих реагентов в качестве аналитических реагентов на эти ионы.

Установлены природа предельных анодных токов и число электронодонорства при окислении одной молекулы деполяризатора и оптимизированы условия определения Pt(IV), Pd(II), Au(III) растворами серосодержащих реагентов.

Предложенные методики применены к анализу бинарных, тройных и более сложных модельных смесей, имитирующих промышленные материалы и природные объекты. Во всех случаях полученные результаты обработаны приемами и процедурами, известными в литературе, и оценены метрологически.

### **ABSTRACT**

The necessity to study platinum metals and gold in nature to solve important geochemical problems and establish forms of their presence in main industrial sources requires the development of new methods for the determination of these elements in a large number of various natural objects: meteorites, rocks and ores in silicate nature of sulfide copper-nickel ores minerals associated with ultrabasic and important rocks for the national economy.

The analysis of platinum metals and gold is subject to numerous intermediates and processing of raw materials: copper and copper-nickel sludge; refining products; pure metals and precious metal alloys used in various fields of art, jewelry, dentistry and denture; coating objects platinum metals, catalysts, wastewater and other.

In order to develop amperometric methods for determining Pt (IV), Pd (II), Au (III) and the metrological evaluation of the experimental data, voltammetric behavior of sulfur-containing reagents and their metal complexes with Pt (IV), Pd (II), Au (III) on a platinum micro-disk anode in different nature and concentration of buffers and background electrolytes is studied. The possibility of using these reagents as analytical reagents for these ions is shown.

Anode current limiting nature and the number of electron donation under oxidation of one molecule of the depolarizer and optimized conditions for determining Pt (IV), Pd (II), Au (III) solutions of sulfur-containing reagents are set.

Proposed methods are applied to the analysis of binary, ternary and more complex model mixtures that imitate industrial materials and natural objects. In all cases, obtained results are processed by methods and procedures known in literature and metrologically evaluated.

**Ключевые слова:** метрологическая оценка, амперометрия, электропроводность, природные объекты, серосодержащие реагенты, правильность, воспроизводимость, экспрессность, избирательность, титрование, кинетика, модельные смеси, оптимизация, селективность, диффузия, амперометрическое титрование.

**Keywords:** metrological point, amperometry, electroconductivity, natural objects, sulfur-containing reagents, rightness, quickness, selectivity, titration, reproduction, kinetics, model mixtures, optimization, selectivity, diffusion, amperometric titration.

При электрохимическом анализе разложение и переведение проб в раствор определяемых компонентов является одним из наиболее трудных и ответственных этапов химического анализа. Правильно выбранные условия пробоотбора и пробоподготовки, а также разложения обеспечивают успешный анализ и позволяют не только перевести определяемый элемент в раствор,

но также и ускорить его отделение от посторонних сопутствующих элементов матрицы и облегчить его дальнейшее определение [1–3].

На основании проведенных экспериментов по оптимизации условий титрования Pt(IV), Pd(II) и Au(III) в их индивидуальном состоянии, а также для получения оптимальных оценок селективного титрования в бинарных, тройных и более сложных смесях были разработаны методики их амперометрического титрования (АТ) раствором тиоацетамида (ТАА) в различных промышленных материалах и природных объектах. Основной задачей анализа неорганических материалов с использованием разработанных амперометрических методик является улучшение их метрологических характеристик; правильности, селективности и воспроизводимости [4–6].

Определение Pt, Pd и Au в обогащенных шламах, сплавах, хвостах, спецсплавах, стандартных образцах, изделиях радио- и электронной техники, пигментах и др. материалах было реализовано следующим образом: необходимую навеску анализируемого материала (0,5 г) растворяют в смеси хлорной и азотной кислот (3:2). Для удаления оксидов азота анализируемый раствор трижды упаривают до влажных солей, добавляя HCl, затем растворяют в горячей уксусной кислоте, охлаждают и доводят объем пробы до 100 мл хлороформом. После этого берут аликвоту анализируемого раствора (2,0 мл), содержащего благородные металлы, и титруют стандартным раствором ТАА.

Возможен и другой способ пробоподготовки: точную навеску анализируемой пробы, отобранную в фарфоровую чашку, растворяют в 5,0 мл «царской водки» (в тех случаях, когда имело место образование оксидов металлов, сначала обрабатывают анализируемую пробу смесью HCl и HNO<sub>3</sub> (3:1)) затем по каплям добавляют насыщенный раствор NaNO<sub>2</sub> до прекращения выделения газа, упаривают до влажных солей, постепенно добавляя HCl до полного удаления оксидов азота, затем переводят ее в мерную колбу на 50 или 100 мл, после чего набирают аликвоту анализируемого раствора (2,0 мл) универсального буфера (2,0 мл) с соответствующим рН и приступают к реализации АТ.

Статистическая обработка полученных результатов проведена в соответствии с известными в литературе приемами и процедурами.

Результаты, полученные при анализе реальных природных объектов и промышленных материалов, содержащих Pt(IV), Pd(II) и Au(III), приведены в таблице 1, из которых следует, что между аттестованными и найденными содержаниями Pt(IV), Pd(II) и Au(III), разработанными амперометрическими методиками, при проверке по  $t_{0,95}$  статистикам значимых систематических расхождений не обнаружено, что свидетельствует о правильности и воспроизводимости разработанных методик и полученных данных.

**Таблица 1.**

**Результаты амперометрического титрования платины(IV), палладия(II) и золота(III) раствором тиацетамида в реальных объектах  
( $P=0,95$ ;  $\bar{x} \pm \Delta X$ )**

Анализируемый материал	Содержание металлов по паспорту, масс. %	Найдено Me, масс. %	n	S	S <sub>r</sub>
Обогащенный шлам ПЗ-1	Pt(1,12)	1,10±0,10	4	0,06	0,054
	Pd(2,27)	2,29±0,12	5	0,10	0,042
	Au(1,81)	1,79±0,10	4	0,06	0,034
Концентрат никелевый КН-1	Pt(8,60)	8,55±0,14	4	0,09	0,011
	Pd(30,00)	31,09±0,30	4	0,19	0,006
	Au(0,84)	0,86±0,19	3	0,08	0,093
Жильная сульфидная медно-никелевая рудаЖ-3	Pt(1,16)	1,13±0,14	4	0,09	0,079
	Pd(5,64)	5,82±0,13	5	0,12	0,021
	Au(0,12)	0,14±0,31	4	0,03	0,214
Ювелирное изделие ЮСК-30-95	Pt(0,17)	0,15±0,11	4	0,01	0,071
	Pd(0,78)	0,75±0,03	5	0,02	0,028
	Au(0,71)	0,69±0,95	4	0,06	0,087
Сплав ПСП-1-82	Pt(0,37)	0,35±0,02	5	0,02	0,069
	Pd(0,26)	0,23±0,02	4	0,02	0,078
	Au(0,83)	0,84±0,05	5	0,04	0,046
Файнштейн ФШТ-30	Pt(19,00)	17,7±1,90	3	0,76	0,439
	Pd(101,01)	104±3,00	3	1,21	0,012
	Au(2,80)	2,72±0,75	4	0,47	0,170

Из данных таблицы видно, что Pt(IV), Pd(II) и Au(III) вполне можно оттитровать раствором ТАА при анализе руд, сплавов, хвостов, шламов, припоев и других материалов, что позволяет судить о применимости разработанных амперометрических методик определения исследованных

благородных металлов раствором ТАА к анализу промышленных материалов и природных объектов.

Таким образом, применение метода АТ Pt(IV), Pd(II) и Au(III) раствором ТАА позволяет достаточно быстро и весьма точно решать задачу их определения в самых разнообразных и сложных по составу материалах металлургического производства, хвостах, стандартных образцах, ювелирных изделиях, продуктах радио- и электронной техники и объектах органического происхождения, содержащих исследованные благородные металлы. При содержаниях Pt(IV), Pd(II) и Au(III) в микро- и следовых количествах АТ можно считать одним из перспективных и современных методов их определения раствором ТАА в неорганических и органических материалах, особенно когда нормируется содержание титруемых металлов.

#### **Список литературы:**

1. Алесковский В.Б., Бардин В.В., Васильев В.П. Физико-химические методы анализа. Практическое руководство. – М.; Химия. 1964. – 463 с.
2. Коренман Я.И. Практикум по аналитической химии. Электрохимические методы анализа. – М.: Колос, 2005.
3. Корята И., Дворжак И., Богачкова В. Электрохимия. – М.: Мир, 1977. – 472 с.
4. Лурье Ю.Ю. Справочник по аналитической химии. – М.: Химия, 1979. – 480 с.
5. Харитонов Ю.Я. Аналитические (инструментальные) методы анализа. – М.: Высшая школа, 2008. – 559 с.
6. Химическая энциклопедия. – М.: Большая Российская энциклопедия, 1992. – С. 1127–1129.