

## **КОМБИНИРОВАННЫЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ МАКРОСОДЕРЖАНИЙ ПАЛЛАДИЯ.**

***Васекина Т.Ф., Борягина И.В., Пятахина Е.С., Ровинская Н.В.***

Открытое акционерное общество «Научно-производственный комплекс  
«Суперметалл» имени Е.И. Рыввина» Москва, Россия, info@supermetal.ru

Несмотря на развитие различных инструментальных методов в аналитической химии платиновых металлов, для определения макросодержаний платиновых металлов в настоящее время по-прежнему используют традиционные гравиметрические методы анализа. Эти методы имеют ряд преимуществ, главными из которых следует считать высокую точность и аппаратную простоту. Однако гравиметрические методы имеют и существенные недостатки, такие как длительность анализа, трудоемкость и, в отдельных случаях, многостадийность. В последние годы аналитиками, занимающимися анализом платиновых металлов, предпринимаются попытки упрощения гравиметрического анализа путем включения в общую схему процесса инструментальных методов [1].

В настоящей работе рассматривается комбинированный метод определения содержания палладия в сплавах платины с родием и палладием, включающий в себя гравиметрическое определение основного содержания палладия и атомно-абсорбционное определение палладия, оставшегося в фильтрах. В качестве весовой формы был выбран диметилглиоксимат палладия. Для изучения систематических погрешностей, обусловленных процессами соосаждения и сорбции примесных элементов весовой формой палладия и частичной растворимостью весовой формы, были исследованы осадки диметилглиоксимата палладия на содержание примесей и фильтраты – на содержание остаточного количества палладия.

Многочисленные лабораторные определения содержания палладия в различных палладийсодержащих объектах позволили сделать выводы о наиболее оптимальных условиях проведения анализа. Так, осаждение диметилглиоксимата палладия из образцов, не содержащих платину (ацетат палладия, палладозамин, некоторые стоматологические сплавы), целесообразнее проводить из горячих растворов, выдерживая осадки в течение 3-4 часов. При этих условиях осаждения палладий практически полностью переходит в осадок и содержанием остаточного палладия в фильтрах можно пренебречь без ущерба для точности анализа, исключив из анализа стадию выпаривания фильтратов и определения в них палладия. Проводить осаждение палладия из горячих растворов, полученных растворением сплавов, содержащих платину, нельзя, так как в этом случае наблюдается восстановление платины, что, безусловно, искажает достоверность и точность анализа.

В результате проведенных исследований можно сделать ряд обобщений и технологических выводов, упрощающих процедуру гравиметрического определения палладия: использовать водный раствор диметилглиоксима вместо спиртового, диметилглиоксимат палладия в качестве весовой формы вместо восстановленного в токе водорода металлического палладия, не подвергать дальнейшему исследованию осадки диметилглиоксимата палладия и фильтраты после осаждения из горячих растворов. На модельных смесях показано, что относительная погрешность анализа по данной схеме не превышает 0,2 отн. %, что практически соответствует погрешности классического гравиметрического анализа.

### **Литература**

1. Шнейдер Б.В., Малютина Т.М., Алексеева Т.Ю., Барановская В.Б., Карпов Ю.А. – В кн.: Аналитическая химия – новые методы и возможности: Сборник тезисов докладов представленных на съезде аналитиков России, 26-30 апреля 2010г. С.342.