

Метрологічні характеристики аналізу водного розчину опію екстраційного методом амперометричного титрування ( $n=7$ ,  $P=0,95$ )

Введено, г	Знайдено, г	Знайдено, %	Метрологічні характеристики
0,0050	0,0048	96,00	$X=98,57\%$
	0,0049	98,00	$S=2,91$
	0,0051	102,00	$S_x=t,13$
	0,0049	98,00	$S_r=0,03$
	0,0050	100,00	$D=\pm 2,65\%$
	0,0052	104,00	$x\pm D=98,57\pm 2,65\%$
	0,0049	98,00	

суми наркотичних речовин в рослинній продукції методом амперометричного титрування апробовані на реальних об'єктах в аналітичних лабораторіях Науково-дослідного експертно-криміналістичного центру при Управлінні МВС в Дніпропетровській області.

#### СПИСОК ЛІТЕРАТУРИ

1. *Ткач В.И.* Гетерополианионы структуры Кеггина аналитические реагенты на азотсодержащие органические

вещества. Дис...д-ра хим. наук: 02.00.02. — Днепропетровск, 1999. — 360 с.

- *Семеновская Е.И.* Применение гетерополи-соединений в анализе лекарственных препаратов, биологических материалов и в медикобиологических исследованиях // Журн. аналит. химии. — 1986. — Т.41. — № 11. С.1925-1933.

2. *Ткач В.И.* Гетерополианионы як аналітичні реагенти на азотвмісні органічні речовини. — Дніпропетровськ, ДДУ, - 1995. - 196 с.

— *Pope M.T.* Heteropoly and Isopoly Oxometalates. Berlin: Springer Verlag, 1983. — 165 p.

3. *Никитина Е.А.* Гетерополисоединения. М.: Госхимиздат, 1962. — 305 с.

4. *Pope M.T.* Acid and red-ox properties of polyoxometalates // NATO ASI Polyoxometalate molecular science. — Spain. — 2001.

5. *Цыганок А.П.* Гетерополикомплексы элементов ПД группы Периодической системы элементов — аналитические формы в спектрофотометрических электрохимических методах анализа. Дис...д-ра хим. наук: 02.00.02. — Днепропетровск, 1990. — 388 с.

6. *Алимарин И.П., Дорохова Е.Н.* Электрохимические методы в аналитической химии гетерополи соединений // Журн. аналит. химии. — 1980. — Т.35. — № 12. - С.2000-2019.

Надійшла до редакції 27.08.2002

УДК 543.056; 543.422

Ф.А. ЧМИЛЕНКО, В.А. ВОРОПАЕВ, Т.М. ДЕРКАЧ, А.В. БИЛЬЧЕНКО

## АТОМНО-АБСОРБЦИОННОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ ЗОЛОТА В СЕРОСОДЕРЖАЩИХ ОБЪЕКТАХ ПОСЛЕ УЛЬТРАЗВУКОВОГО УСКОРЕНИЯ ОБЖИГА ПРОБ

Днепропетровский национальный университет

Проведено сравнение кислотного разложения сульфидных руд с предварительным обжигом и без него для определения золота атомно-абсорбционным методом. Предложено проводить отжиг под действием ультразвуковых колебаний низкой частоты. Показано, что ультразвуковые колебания ускоряют процесс обжига в 6—8 раз.

В настоящее время контроль содержания является обжиг руд. Для определения золота благородных металлов (БМ) в различных оптимальной температурой и временем обжиг геологических образцах проводят гибридными считают 550—600°C в течение 1,5—2,0 часов [8]. методами. Наиболее точным и чувствительным Часто для интенсификации химических процессов является сочетание химической подготовки проб с при анализе применяют ультразвук [9-10]. В данной атомно-абсорбционным определением [1—7]. работе предложено проводить обжиг небольших

Наиболее сложным объектом анализа навесок образцов с использование ультразвука являются сульфидные руды и продукты их низкой частоты. переработки [1]. Сера является мешающим *Экспериментальная часть* Установка для компонентом для определения БМ как при кислотном проведения отжига показана на рис. 1. Использовали разложению руд, так и при пробирной плавке. ультразвуковой генератор УЗДН-1 с частотой Наиболее применимым приемом удаления серы ультразвуковых колебаний 22 кГц. Содержание

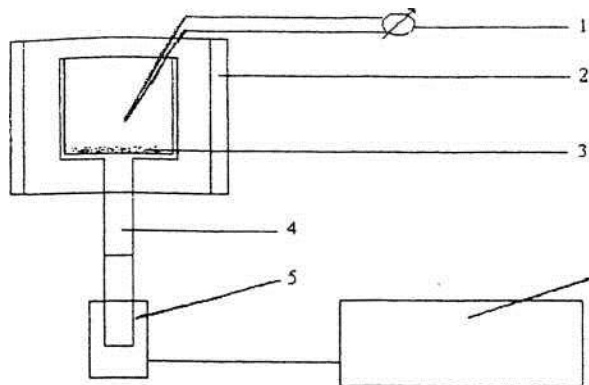


Рис. 1 Схема установки для обжига руд под действием ультразвука: 1 — термopapa; 2 — трубчатая печь; 3 — проба; 4 — излучатель; 5 — преобразователь; 6 — УЗ генератор

золота определяли на атомно-абсорбционном спектрофотометре С115-ПКС в пламени ацетилен-воздух при длине волны 242,8 нм с соотношением расходов ацетилена и воздуха 1:3. Сила тока на лампе 15 мА, напряжение на ФЭУ 1,1 кВ.

**Обжиг пробы под действием ультразвука.**

Навеску пробы массой 1—2 г помещали в ультразвуковой излучатель, находящийся в трубчатой печи при 550—600°C, и вели обработку ультразвуком с частотой 22 кГц и интенсивностью 0,6—0,8 Вт/см<sup>2</sup>. Параллельно проводили обжиг по стандартной методике.

**Определение серы.**

Спекали пробу с шестикратным избытком смеси оксида цинка и соды (4:1), выщелачивали пек водой и осаждали серу в виде сульфата бария.

**Методика разложения проб смесью соляной и азотной кислот.** Навеску пробы после отжига переносили в стеклянную термостойкую колбу, добавляли 10 мл свежеприготовленной смеси

HNO<sub>3</sub> и HCl (1:3). Упаривали до влажных солей, дважды добавляли по 5 мл конц. HCl, каждый раз упаривая до влажных солей. Затем добавляли 10 мл HCl (1:1) и вновь кипятили в течение 15—30 мин. Полученные растворы с осадком фильтровали в колбы на 50 мл, промывали осадок и доводили фильтрат до метки раствором 1M HCl. Определение содержания золота проводили методом добавок.

На рис. 2 показана зависимость содержания серы в руде от времени обжига с применением ультразвука и без. Как видно из рисунка и табл. 1, применение ультразвука позволяет уменьшить время обжига в 7—8 раз. Ход кривых описывается кинетическим уравнением реакции первого порядка:  $C=C_0e^{-kt}$ . Константа скорости реакции в первом случае равна 0,02, а во втором 0,18. Оставшиеся 5% серы представлены в образце не разлагающимися при данной температуре сульфатами кальция, магния, железа, меди и других металлов, и на определение золота не оказывают заметного влияния.

В табл. 2 представлены результаты определе-

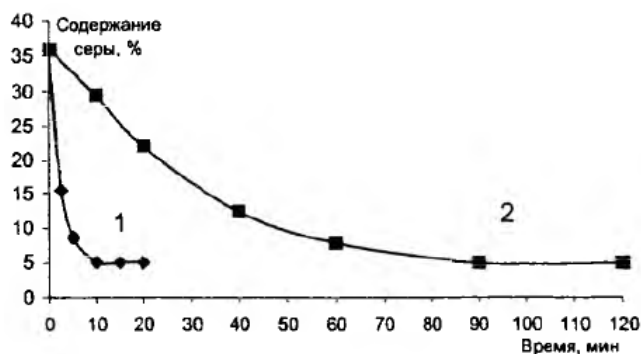


Рис. 2. Зависимость содержания серы в пробе от времени обжига: 1 — под воздействием УЗ; 2 — без воздействия УЗ

Таблица 1

Зависимость содержания серы от времени обжига для образца руды

Время обжига без воздействия УЗ, мин	0	10	20	40	60	90	120
Определено серы, %	35,9	29,5	22,1	12,3	7,8	4,9	4,9
Время обжига под действием УЗ, мин	0	2,5	5	10	15	20	-
Определено серы, %	35,9	15,5	8,6	5,1	4,9	4,9	-

Таблица 2

Определение золота в серосодержащих образцах атомно-абсорбционным методом с различными вариантами пробоподготовки (n = 3)

» Номер образца	Прямое кислотное разложение	Кислотное разложение после обжига	Кислотное разложение после обжига под действием УЗ
	C <sub>Au</sub> , г/г	C <sub>Au</sub> , г/г	C <sub>Au</sub> , г/г
Руда 1	2,51	4,96	5,00
Руда 2	5,45	9,94	9,91
Руда 3	3,13	4,69	4,70
Медный штейн	11,5	53,98	54,35

**Ф.А. Чмиленко, В.А. Воропаев, Т.М. Деркач, А.В. Бильченко**

ния золота в серосодержащих материалах с обжигом и без при кислотном разложении проб.

Таким образом, результаты анализа руд после обжига с применением ультразвука и без него совпадают, хотя время обжига в первом случае намного меньше. Атомно-абсорбционное определение золота при разложении проб в смеси  $\text{HNO}_3$  и  $\text{HCl}$  (1:3) без предварительного отжига серы невозможно.

#### СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. *Бимиш Ф.* Аналитическая химия благородных металлов. — М.: Мир, 1969. — 296 с.
2. *Пробирно-экстракционное* концентрирование платиновых металлов при анализе продуктов сложного состава / А.А. Васильева, Т.М. Корда, В.Г. Торгов, А.Н. Татарчук // Журн. аналит. химии. — 1991. — Т.46. - № 7. - С.1293-1300.
3. *Экстракционное* выделение благородных металлов и атомно-абсорбционное определение палладия, платины и иридия после пробирной плавки / Ю.А. Золотов, А.Н. Шкиль, В.А. Виленкин и др. // Журн. аналит. химии. - 1988. - Т.43. - № 7. - С.1266-1271.
4. *Атомно-абсорбционное* (в пламени и графитовой печи) определение платины, палладия, родия, иридия, рутения и золота в природных и промышленных материалах с использованием пробирного концентрирования свинцом

и неполного купелирования / Л.П. Колосова, Н.В. Новацкая, Р.И. Рыжова, А.Е. Алдышкина // Журн. аналит. химии. — 1984. — Т.39. — № 8. — С.1475-1481.

5. *Плеская Л.И., Ежова Е.П., Чиркова Г.Д.* Экспрессное низкотемпературное сплавление проб под воздействием ультразвука // Журн. аналит. химии. — 1990. - Т.45. - № 6. - С.1092-1095.

5. *Фишкова Н.Л., Здорова Е.П., Попова Н.Н.* Определение низких содержаний золота и серебра в минеральном сырье пробирно-атомно-абсорбционным методом // Журн. аналит. химии. — 1975. — Т.30. — № 4. - С.806-808.

7. *Фишкова Н.Л., Талыпина О.П.* Экстракционно-атомно-абсорбционное определение благородных металлов в свинцовых корольках после пробирной плавки // Журн. аналит. химии. — 1983. — Т.38. — № 4. — С.452-457.

8. *Фишкова Н.Л., Фалькова О.Б., Мешалкина Р.Д.* Атомно-абсорбционное определение золота в рудах и оценка неоднородности его распределения в пробах на результат анализа // Журн. аналит. химии. — 1972. — Т.27. — № 10. - С.1916-1923.

9. Использование ультразвука в химическом анализе / Ф.А. Чмиленко, А.Н. Бакланов, Л.П. Сидорова, Ю.М. Пискун // Журн. аналит. химии. — 1994. — Т.49. - № 6. - С.550-556.

10. *Чмиленко Ф.А., Бакланов А.Н.* Ультразвук в аналитической химии. Теория и практика. — Днепропетровск: изд-во ДНУ, 2001. — 264 с.

Поступила в редакцию 12.06.2002