



ДЕРЖАВНА СЛУЖБА  
ІНТЕЛЕКТУАЛЬНОЇ  
ВЛАСНОСТІ  
УКРАЇНИ

УКРАЇНА

(19) **UA** (11) **79538** (13) **U**  
(51) МПК  
**G01N 21/78** (2006.01)

## (12) ОПИС ДО ПАТЕНТУ НА КОРИСНУ МОДЕЛЬ

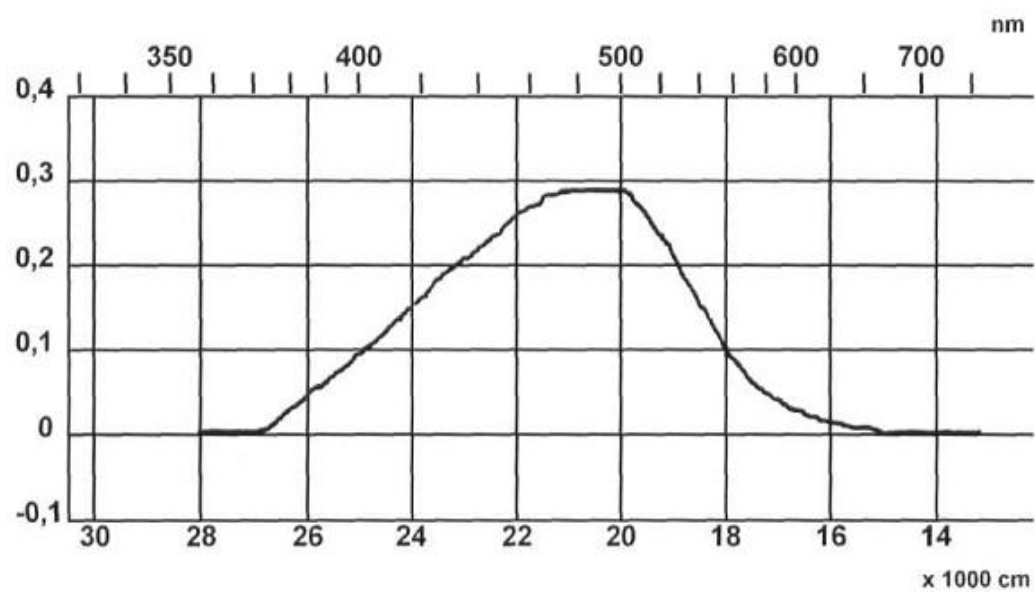
(21) Номер заявки: <b>u 2012 12275</b>	(72) Винахідник(и): <b>Стукан Павло Павлович (UA), Федоренко Андрій Олександрович (UA), Федоренко Олександр Михайлович (UA), Ягупов Сергій Володимирович (UA), Плотніков Володимир Васильович (UA)</b>
(22) Дата подання заявки: <b>26.10.2012</b>	
(24) Дата, з якої є чинними права на корисну модель: <b>25.04.2013</b>	
(46) Публікація відомостей про видачу патенту: <b>25.04.2013, Бюл.№ 8</b>	(73) Власник(и): <b>ТАВРІЙСЬКИЙ НАЦІОНАЛЬНИЙ УНІВЕРСИТЕТ ІМ. В.І. ВЕРНАДСЬКОГО,</b> пр. Академіка Вернадського, 4, м. Сімферополь, АР Крим, 95007 (UA), <b>ТОВАРИСТВО З ОБМЕЖЕНОЮ ВІДПОВІДАЛЬНІСТЮ "АТМО-СФЕРА",</b> вул. Чернишевського, 47, м. Дніпропетровськ, 49005 (UA)

## (54) СПОСІБ ВИЗНАЧЕННЯ ЗОЛОТА(III) В ТЕХНОЛОГІЧНИХ РОЗЧИНАХ

### (57) Реферат:

Спосіб визначення золота(III) в технологічних розчинах включає додавання у дослідний розчин з Au(III) соляної кислоти та фотометрування проби. Пробу з технологічним розчином обробляють діетиловим ефіром для селективної екстракції хлоридного комплексу золота і перетворення його в роданідний комплекс золота, перемішують розчин протягом 30 с. Далі розчин розділяють на дві фракції, в ефірну фракцію додають роданід амонію (NH<sub>4</sub>CNS) та поміщують її в термостатуючу камеру оптичного аналізатора. На ефірний розчин подають світловий потік від світлодіоду з діапазоном випромінювання 475-510 нм, що відповідає оптичній активності роданідного комплексу золота(III). Після часткового поглинання світлового потоку досліджуваною речовиною світло направляють на фотодіод, який реєструє зміну світлового потоку залежно від концентрації речовини, після чого конкретну кількість речовини в розчині визначають за допомогою еталонного графіка.

UA 79538 U



Корисна модель належить до галузі аналітичної хімії сполук, більш конкретно - до фотометричних методів визначення золота в різних об'єктах, і призначена для селективного визначення концентрацій катіонів золота(III) в багатокомпонентних технологічних розчинах, отриманих внаслідок переробки техногенних відходів.

5 Визначення концентрації золота(III) у розчинах, досить близьким до пропонованого є спосіб фотометричного визначення золота [Бахвалова І.П., Лосев В.І., Мищенко Д.С., Трофимчук А.К. Способ определения золота. Патент РФ № 2074390, МПК G01N31/22/, дата публикации 27.02.1997].

10 Спосіб засновано на вилученні золота з розчинів сорбентом-сілікагелем, модифікованим комплексоутворючими чи аніонно-замінними групами. На поверхні сорбента при цьому створюються сполуки золота, котрі прокалюють протягом 30-60 хв. при температурі 700-1100 °С і фотометрують золь золота.

15 Спосіб визначення концентрації тривалентного золота за цим стандартом полягає в тому, що підкислений розчин HCl, який має золото і більшу кількість неблагородних і кольорових металів, пропускають через патрон, заповнений сорбентом - кремнеземом, хімічно модифікований комплексоутворючими або аніонообмінними групами, промивають патрон 0,1 моль/дм<sup>3</sup> HCl, прожарюють сорбент при 700 °С протягом 30-60 хвилин і фотометрують золь золота при 520 нм. Кількість золота в дослідному розчині надходять по калібровому графіку.

20 До недоліків відомого методу можна віднести значну тривалість приготування аналізованих розчинів і проведення аналізу, трудомісткість, особливо це стосується підготовки кремнезему, а також кількість задіяного в аналізі обладнання.

25 Як прототип обрано спосіб визначення золота [Марченко З., Бальцежак М. Методы спектрофотометрии в УФ и видимой областях в неорганическом анализе. - М.: БИНОМ. Лаборатория знаний, 2007.-711 с.], де на С. 194, глава 15 "Золото" детально розглянуто високочутливу і селективну методику визначення золота в розчинах за допомогою родаміну В (С). В дослідний розчин з Au(III), не більше 40 мкг, додають HCl, щоб розчин мав концентрацію 1,0 моль/дм<sup>3</sup>, і катіонний барвник родамін В, який утворює комплекс з золотом та екстрагується в діізопропіловий ефір або бензол. В бензолному розчині комплекс золота поглинає при  $\lambda_{\max}=565$  нм. Екстракт діізопропілового ефіру розділяють і вимірюють оптичну щільність при 565 нм відносно води.

30 Ступінь вилучення золота залежить від концентрації HCl, тому її кількість необхідно підтримувати однаково як в розчинах, яких аналізують, так і в стандартному розчині.

35 До недоліків слід віднести використання родаміну В (С) та бензолу, як небезпечних (канцерогенних) речовин, крім того родамін В (С) є барвник дорогий, а діізопропіловий ефір - також нестійка і дорога речовина. Родамін В (С) є барвник і його спектр перекривається з спектром родамінового комплексу золота, що ускладнює його ідентифікацію, крім того, необхідно пам'ятати про вилучення золота із технологічного розчину залежно від концентрації HCl, що ускладнює процес.

40 В основу корисної моделі поставлено задачу вдосконалення способу визначення золота(III) у технологічних розчинах таким чином, щоб реагенти були доступні, нетоксичні і недорогі, а хід аналізу в способі був більш простим, підвищити чутливість і вірогідність, селективність визначення золота(III), скоротити час проведення аналізу до 3-6 хвилин.

45 Поставлена задача вирішується тим, що в пропонованому способі визначення золота(III) в технологічних розчинах, що включає додавання у дослідний розчин з Au(III) соляної кислоти та фотометрування проби, пробу з технологічним розчином обробляють діетиловим ефіром для селективної екстракції хлоридного комплексу золота і перетворення його в роданідний комплекс золота, перемішують розчин протягом 30 сек., розділяють на дві фракції, в ефірну фракцію додають роданід амонію (NH<sub>4</sub>CNS) та поміщають її в термостатуючу камеру оптичного аналізатора, на ефірний розчин подають світловий потік від світлодіоду з діапазоном випромінювання 475-510 нм, що відповідає оптичній активності роданідного комплексу золота(III), після часткового поглинання світлового потоку досліджуваною речовиною світло направляють на фотодіод, який реєструє зміну світлового потоку залежно від концентрації речовини, після чого конкретну кількість речовини в розчині визначають за допомогою еталонного графіка.

55 Причинно-наслідковий зв'язок між сукупністю ознак, що заявляються, та технічним результатом полягає в наступному. В пропонованому способі визначення концентрації золота(III) аликвоту технологічного розчину поміщують в екстракційну воронку і додають соляну кислоту до концентрації ~6 %, за допомогою мірної піпетки додають діетиловий ефір. Перемішують розчин протягом 30 с, розділяють його на дві фракції. В зв'язку з тим, що 60 діетиловий ефір використовують в аналітичних цілях, як ефективний селективний екстрагент в

присутності соляної кислоти, серед d - металів він реагує тільки на хлоридні комплекси золота(III). В ефірну фракцію додають 5 мл 0,1 моль/см<sup>3</sup> роданіду амонію (NH<sub>4</sub>CNS), що призводить до утворення комплексу K[Au(SCN)<sub>4</sub>], який розчинний в спирті та ефірі. Ефірну фракцію поміщають в термостатуючу камеру приладу, де на ефірний розчин подають світловий потік від світлодіоду з діапазоном випромінювання 475-510 нм, що відповідає оптичній активності, обумовленій роданідним комплексом золота, після часткового поглинання світлового потоку досліджуваною речовиною світло направляють на фотодіод, який реєструє зміну світлового потоку залежно від концентрації речовини, після чого конкретну кількість речовини в розчині визначають за допомогою еталонного графіку. При цьому, яких-небудь присутніх сторонніх компонентів у контрольованому технологічному розчині в даній області немає.

Для реалізації способу використано оптичний аналізатор розчинів, дія якого базується на поглинанні електромагнітного випромінювання світлодіода, що збирається лінзою і направляється на тригранну призму з корунду, до неї примикає прямокутна камера з розчином роданіду золота(III), і за рахунок одноразового порушеного повного внутрішнього відбиття (d-d електронного переходу  $t_{2g} \leftrightarrow e_g$ ) світловий потік зменшується. При поглинанні світлового потоку сполуками золота(III) минулий потік слабшає. Минулий потік збирається лінзою і попадає на фотодіод, який перетворює його в електричний сигнал, що і фіксується реєструючим пристроєм. По різниці інтенсивності світлових потоків устанавлюється функціональна залежність концентрації золота в розчинах. Концентрація реагуючої речовини визначається за допомогою еталонного графіку (інтенсивність світлового потоку від концентрації). Проводять калібрування приладу по розчиннику, потім кювету заповнюють стандартним розчином і встановлюють за індикатором значення по струму пристрою, що реєструє, та зіставляють із даними еталонного графіку. Після завершення калібрування приладу виконують визначення концентрації в технологічному розчині. Тривалість визначення концентрації золота в технологічних розчинах триває 6-8 хвилин.

Оптичний аналізатор розчинів при необхідності підключається до комп'ютера, а сам метод може бути легко автоматизований.

Приклад конкретного виконання.

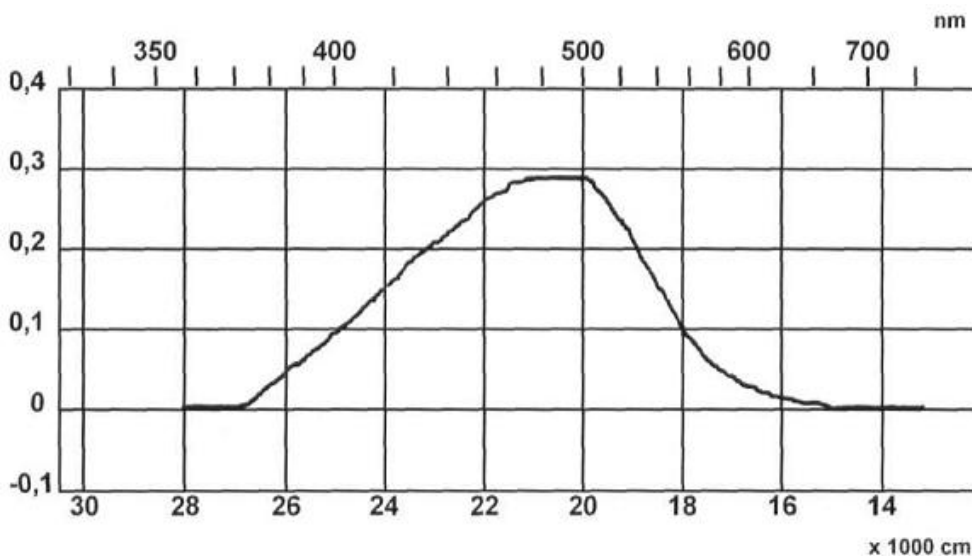
Визначення концентрації золота(III) у технологічному розчині виконано таким чином. Технологічний розчин об'ємом 200 мл поміщають в екстракційну колонку і додавають соляну кислоту в кількості 35 мл марки ЧДА, потім додавають 5,0 мл діетилового ефіру, перемішують 30 с. Ефірну фракцію відділяють і зберігають. Екстракцію повторяють тим же чином. Ефірні фракції об'єднують і додавають 5 мл 0,1 моль/см<sup>3</sup> роданіду амонію і перемішують протягом 2 хвилин. Ефірну фракцію з роданідним комплексом золота вводять шприцом в прямокутну камеру оптичного аналізатора, яка примикає до тригранної призми (корунд), де відбувається поглинання світлового потоку, після контакту з розчином при  $\lambda=475-510$  нм. Світлопотік попадає на фотодіод, який перетворює його в електричний сигнал, що і фіксується реєструючим пристроєм оптичного аналізатора. Концентрація золота визначається за допомогою еталонного графіка (інтенсивність світлового потоку від концентрації). Проводять калібрування приладу по розчиннику, потім кювету заповнюють стандартним розчином і встановлюють за індикатором значення по струму пристрою. При серійних визначеннях концентрації оптичний аналізатор підключається до комп'ютера з метою швидкого визначення концентрації золота. З огляду на електронний спектр комплексу золота(III) підбирають світлодіод та фотодіод таким чином, щоб чітко реєструвалася область 475-510 нм. На кресленні представлено електронний спектр ефірної фракції роданідного комплексу золота(III) у розчинах соляної кислоти. З огляду на електронний спектр комплексу золота(III) з'явилася можливість підібрати світлодіод та фотодіод таким чином, щоб чітко реєструвалася область 475-510 нм і немає.

Визначення концентрації золота(III) виконується швидко й з високою точністю в режимах без застосування особливих дорогих та токсичних індикаторів і складних дій з аналізованими розчинами і недорогих апаратних приладів. Оптичний аналізатор, який застосовано на одноразовому порушенні повного внутрішнього відбиття, рекомендується використовувати не тільки для визначення концентрацій золота, а також для інших металів. Наприклад визначення концентрації сульфату титану(III) в технологічних розчинах виробництва пігментного діоксиду титана, можливо без всяких зайвих дій, достатньо заповнити прямокутну камеру розчином, це тому що комплекс титану(III) має такий же самий колір, як і роданідний комплекс золота(III).

Аналогічним шляхом, на підставі реєстрації зміни щільності світлового потоку залежно від концентрації речовини, можна швидко і якісно визначати конкретну кількість речовини в розчинах, тому що яких-небудь присутніх у даній області сторонніх компонентів у наведених технологічних розчинах немає.

## ФОРМУЛА КОРИСНОЇ МОДЕЛІ

- Спосіб визначення золота(III) в технологічних розчинах, що включає додавання у дослідний розчин з Au(III) соляної кислоти та фотометрування проби, який **відрізняється** тим, що пробу з технологічним розчином обробляють діетиловим ефіром для селективної екстракції хлоридного комплексу золота і перетворення його в роданідний комплекс золота, перемішують розчин протягом 30 с, розділяють на дві фракції, в ефірну фракцію додають роданід амонію ( $\text{NH}_4\text{CNS}$ ) та поміщують її в термостатуючу камеру оптичного аналізатора, на ефірний розчин подають світловий потік від світлодіоду з діапазоном випромінювання 475-510 нм, що відповідає оптичній активності роданідного комплексу золота(III), після часткового поглинання світлового потоку досліджуваною речовиною світло направляють на фотодіод, який реєструє зміну світлового потоку залежно від концентрації речовини, після чого конкретну кількість речовини в розчині визначають за допомогою еталонного графіка.




---

Комп'ютерна верстка М. Ломалова

---

Державна служба інтелектуальної власності України, вул. Урицького, 45, м. Київ, МСП, 03680, Україна

---

ДП "Український інститут промислової власності", вул. Глазунова, 1, м. Київ – 42, 01601