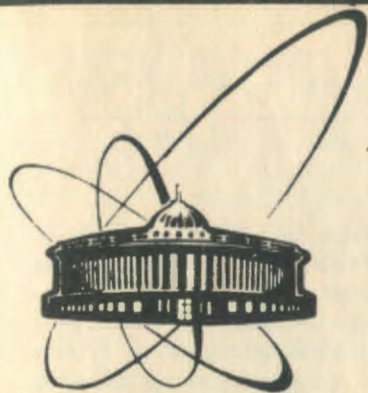


90-161



Объединенный  
институт  
ядерных  
исследований  
Дубна

Д 534

12-90-161

С.Н.Дмитриев, Т.В.Шишкина, Е.Л.Журавлева,  
Чимэг Ж.

ЭКСТРАКЦИОННО-РЕНТГЕНОФЛУОРЕСЦЕНТНОЕ  
ОПРЕДЕЛЕНИЕ ЗОЛОТА  
В ПРИРОДНЫХ ОБРАЗЦАХ

Направлено в журнал "Analytica Chimica Acta"

1990

Непосредственное рентгенофлуоресцентное /РФ/ определение золота в природных образцах затруднено из-за высокого содержания в них других близких по энергиям рентгеновского излучения элементов и сильного поглощения характеристического излучения золота материалом образца. Необходимо его предварительное выделение из исследуемых образцов в удобную для РФ-анализа матрицу. Одними из наиболее перспективных для этих целей являются сорбционные и экстракционные методы <sup>1,2/</sup>. Ранее <sup>3/</sup> нами предложена методика экстракционно-рентгенорадиометрического определения золота, включающая кислотное разложение исследуемых проб, извлечение золота из растворов вскрытия трибутилфосфатом /ТБФ/ в виде твердого экстрагента /ТВЭКСа/ и рентгенорадиометрический анализ последнего с использованием в качестве источника возбуждения радиоизотопов <sup>109</sup>Cd. Предел определения составил  $\approx 2$  мкг Au в 1 г ТВЭКСа, что с учетом достигаемого в процессе перевода Au в ТВЭКС 25-кратного концентрирования соответствовало его содержанию в исследуемых образцах  $\approx 10^{-5}\%$ .

Представляло интерес изучение возможности снижения предела определения Au при использовании для концентрирования Au ТВЭКСа /ТБФ/, а в качестве источника рентгеновской флуоресценции монохроматического излучения промежуточной мишени /вариант двухступенчатого возбуждения <sup>4/</sup>/. Очевидно, что в этом случае существенно повысятся предъявляемые к анализируемым мишеням требования по содержанию мешающих РФ-определению Au элементов /в основном, цинка и мышьяка/. Кроме того, в варианте двухступенчатого возбуждения предпочтительно проведение анализа в тонких слоях, что затруднено при анализе непосредственно образцов ТВЭКСов. Указанное предопределяет необходимость изучения поведения Zn, Pb и As в процессе экстракционного извлечения золота из растворов вскрытия, а также разработки методики дополнительного концентрирования золота с переводом его из ТВЭКСа в удобную для РФ-анализа тонкую мишень.

Рассмотрению этих вопросов посвящено настоящее сообщение.

## ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНАЯ ЧАСТЬ

*Изучение поведения Au, Zn, Pb и As при их экстракции ТВЭКСом из HCl, HNO<sub>3</sub> и ZHCl - HNO<sub>3</sub> растворов проводили в статических условиях при перемешивании фаз на магнитной мешалке.*

Концентрацию кислот в растворах изменяли от 0 до 6 М. Растворы  $\text{ZnCl}_2 - \text{HNO}_3 - \text{H}_2\text{O}$  готовили разбавлением свежеприготовленной царской водки, принимая ее концентрацию при расчете кислотности водного раствора, равной 12 М. Соотношение водной /мл/ и органической /ТВЭКС, г/ фаз /В:О/ составляло 100:1 (Zn, Pb, As); 100:1 (Au). Время контактирования составляло 2 часа, что было достаточно /по данным предварительных экспериментов/ для установления равновесия в исследуемых системах при всех исследуемых отношениях О:В. Рабочие растворы свинца, мышьяка и золота в кислотах и их смесях готовили с использованием растворов азотнокислого свинца, мышьяковокислого натрия и золотохлористоводородной кислоты. При приготовлении растворов золота в азотной кислоте исходную  $\text{HAuCl}_4$  для перевода в нитратную форму упаривали с  $\text{HNO}_3$  конц. Для получения растворов цинка растворяли гранулированный металл в соответствующей кислоте или их смеси. Концентрации элементов в растворах составляли /мг/л/: Zn и Pb - 200; As - 100; Au -  $2 \cdot 10^{-8}$  -  $2,0 / 10^{-8} - 10^{-4}$  м/.

Используемый в работе ТВЭКС /40% ТБФ, размер гранул 0,8 мм/ имел классификацию "ч", остальные реагенты - "хч" или "чда".

Для учета влияния частичного растворения ТБФ в водной фазе в процессе экстракции в ряде опытов определение коэффициентов распределения золота ( $D_{\text{Au}}$ ) проводили в условиях предварительного насыщения водной фазы экстрагентом. Насыщение проводили контактированием 1 М раствора  $\text{HCl}$  с ТВЭКСом в течение 2 часов при соотношении О:В = 1:10. По окончании ТВЭКС отделяли, в водную фазу вводили необходимое количество  $\text{HAuCl}_4$  и проводили экстракцию ТВЭКСом при О:В = 1:1000. Описанные выше эксперименты проводили при комнатной температуре. В опытах по определению влияния температуры на экстракцию золота водную /1 М р-р  $\text{HCl}$ / и органическую фазы контактировали в течение 2 часов в термостатируемой ячейке при 20-70°C.

Поведение золота в описанных выше опытах контролировали радиометрически /использовали радиоизотопы  $^{195}\text{Au}$ /, цинка, свинца и мышьяка - рентгенофлуоресцентным анализом образцов ТВЭКСов. Коэффициенты распределения элементов при экстракции рассчитывали по формулам

$$D_{\text{Au}} = \frac{I_0 - I_k}{I_k} \cdot \frac{V}{G} \left( \frac{\text{мл}}{\text{г}} \right); \quad D_{\text{Zn(Pb, As)}} = \frac{E}{100 - E} \cdot \frac{V}{G} \left( \frac{\text{мл}}{\text{г}} \right),$$

где  $I_0$  и  $I_k$  - активность аликвоты исследуемого раствора соответственно до и после экстракции, E - степень извлечения элемента в ТВЭКСе /%/ , V - объем водной фазы /мл/, G - масса ТВЭКСа /г/. Степень извлечения Zn, Pb и As определяли как отношение абсолютных содержаний элемента в образцах ТВЭКСов после экстракции и в исходных растворах.

*Вскрытие исследуемых образцов /вес пробы 25 г; тонина помола 75 мкм/ и концентрирование золота ТВЭКСом производили двумя способами.*

1. Пробы /в кварцевых стаканах/ обрабатывали концентрированной азотной кислотой, добавляя ее небольшими порциями до прекращения выделения окислов азота. В зависимости от состава образца объем кислоты составлял 10-25 мл. Далее пробы высушивали на электроплитке и обжигали в муфельной печи при 600°C в течение 15 мин. Плав охлаждали, обрабатывали небольшим количеством /8-10 мл/  $\text{HCl}_{\text{конц.}}$  для восстановления дисперсности, добавляли 100 мл 0,5 М раствора  $\text{HCl}$  и 1 г ТВЭКСа. Золото экстрагировали непосредственно из пульпы при комнатной температуре, перемешивая фазы на магнитной мешалке в течение 20 мин при постоянном пропускании через пульпу газообразного хлора. По окончании ТВЭКС отделяли от пульпы на сетчатом фильтре и промывали 20 мл  $\text{H}_2\text{O}_{\text{dest}}$ .

2. Пробы аналогично способу 1 обрабатывали  $\text{HNO}_3_{\text{конц.}}$  и обжигали в муфельной печи. Далее к охлажденному плаву добавляли 50 мл царской водки и упаривали на эл. плитке до влажных солей; добавляли еще 50 мл царской водки и повторяли операцию упаривания. Влажную смесь солей охлаждали, добавляли  $\text{H}_2\text{O}_{\text{dest}}$  /общий объем пульпы был равен  $\approx 100$  мл/ и 1 г ТВЭКСа. Кислотность раствора составляла  $\approx 1$  М. Золото экстрагировали непосредственно из пульпы при комнатной температуре, перемешивая фазы на магнитной мешалке в течение 20 мин; по окончании ТВЭКС отделяли от пульпы на сетчатом фильтре и промывали  $\text{H}_2\text{O}_{\text{dest}}$  /20 мл/. Методику отработывали на стандартных образцах различного состава с аттестованными содержаниями золота и основных порообразующих элементов: СЗК-1 /ГСО 1767-80/ - флотоконцентрат золотосодержащей руды; СЗР-1 /ГСО 1769-80/ - золотосодержащая руда; РУС-2 и РУС-3 /ГОС 794-76/ - медно-цинковые сульфидные руды; КМ-1 - медно-никелевый концентрат.

*Перевод золота в тонкую мишень* проводили его реакцией из образцов ТВЭКСов растворами тиомочевины с последующим упариванием реактратов в полиэтиленовых цилиндрах, на дно которых помещали диски фильтровальной бумаги равного цилиндрам диаметра / $\approx 1$  см/. Оптимальные условия реакции были выбраны на основании изучения поведения  $^{195}\text{Au}$  в системе ТВЭКС /ТБФ/ - растворы тиомочевины.

*Рентгенофлуоресцентный анализ образцов ТВЭКСов на содержание  $\text{Pb}$ ,  $\text{Pb}$ ,  $\text{As}$  и тонких мишеней на содержание  $\text{Au}$*  проводили на спектрометрической установке, включающей  $\text{Si}(\text{Li})$  - детектор с разрешением 240 эВ на линии  $\text{Fe}$  /6,4 кэВ/, многоканальный амплитудный анализатор NOKIA и персональный компьютер "Пра-век-16". Возбуждение рентгеновской флуоресценции золота / $L_{\alpha}$  =

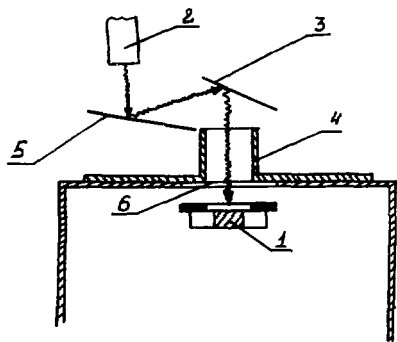


Рис.1. Геометрия измерений рентгеновской флуоресценции при двухступенчатом возбуждении. 1 - Si(Li)-детектор; 2 - рентгеновская трубка БС-1; 3 - анализируемый образец; 4 - защита, 5 - вторичная мишень из Zr; 6 - бериллиевое окно.

$= 9,65$  кэВ,  $L_{\beta} = 11,55$  кэВ/ осуществлялось монохроматическим излучением вторичной мишени из циркония /  $k_{\alpha} = 15,77$  кэВ/ /источник первичного излучения - рентгеновская трубка БС-1 мощностью 4 Вт с серебряным зеркалом анода/. Геометрия измерений была выбрана по результатам предварительных экспериментов /рис.1/. Время измерений составляло 5-10 мин. Пределы обнаружения ( $L_D$ ) и определения ( $L_Q$ ) золота рассчитывали по формулам, предложенным в <sup>15/</sup>:

$$L_D = C \frac{(2,71 + 4,65 \sqrt{I_{\phi}})}{I}, \quad L_Q = C \frac{50(1 + \sqrt{1 + I_{\phi}/12,5})}{I},$$

где  $I_{\phi}$  - площадь фона под пиком;  $I$  - площадь пика;  $C$  - содержание золота в тонкой мишени /мкг/.

Для возбуждения характеристического рентгеновского излучения Zn, Pb и As использовали стандартные радиоизотопные источники <sup>109</sup>Cd /четыре источника общей активностью  $\approx 600$  Мбк/. Геометрия измерений была аналогичной предложенной ранее в работе <sup>16/</sup>. Время измерений составляло 5-10 мин. Статистическая ошибка измерений не превышала 5%.

Содержание анализируемых элементов определяли методом внешних стандартов. Стандартные образцы золота /0,2-100 мкг/ готовили накопыванием эталонных растворов  $\text{HAuCl}_4$  /готовили растворением золотой фольги аналогично <sup>17/</sup> на диски фильтровальной бумаги диаметром 1 см. Стандартные образцы Zn, Pb и As готовили упариванием соответствующих аликвот их солянокислых растворов /готовили аналогично описанному для экстракционных систем/ в присутствии 1 г ТВЭКСа.

## РЕЗУЛЬТАТЫ И ИХ ОБСУЖДЕНИЕ

1. Поведение Au, Zn, Pb и As при экстракции из хлоридных, нитратных и хлоридно-нитратных растворов.

При рентгенофлуоресцентном определении золота используют L-линии характеристического рентгеновского излучения с энергиями  $L_{\alpha} = 9,65$  кэВ и  $L_{\beta} = 11,55$  кэВ. Основные помехи возникают от цинка / $K_{\beta} = 9,63$  кэВ/, свинца / $L_{\alpha} = 10,50$  кэВ/ и мышьяка / $K_{\beta} = 11,77$  кэВ/. Стадия кислотной обработки исследуемых образцов, основная цель которой количественное выщелачивание золота, является достаточно жесткой и, вследствие этого, не селективной: Zn, Pb и As, наряду с Au, переходят в раствор. Задача их разделения должна решаться при дальнейшем концентрировании Au из растворов вскрытия.

В первой серии опытов исследовали поведение Au, Zn, Pb и As при экстракции ТВЭКСом /ТБФ/ из  $HCl$ ,  $HNO_3$  и  $ZnCl_2 - HNO_3$ -растворов. Полученные результаты представлены на рис.2-5.

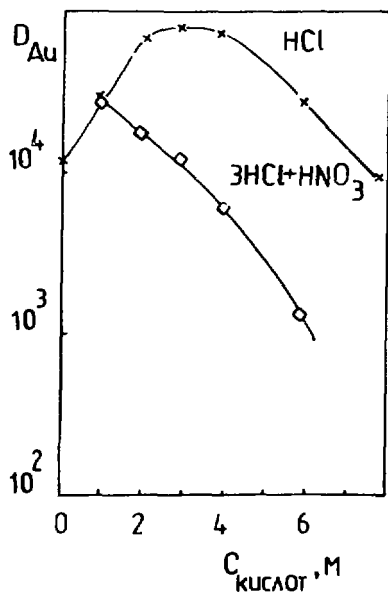


Рис.2. Зависимость  $D_{Au}$  от концентрации кислот.

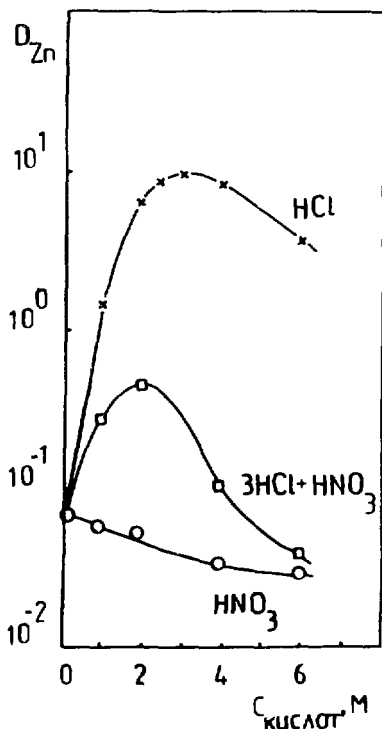


Рис.3. Зависимость  $D_{Zn}$  от концентрации кислот.

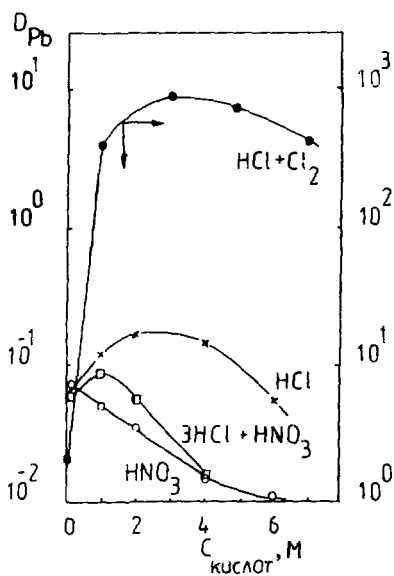


Рис.4. Зависимость  $D_{Pb}$  от концентрации кислот.

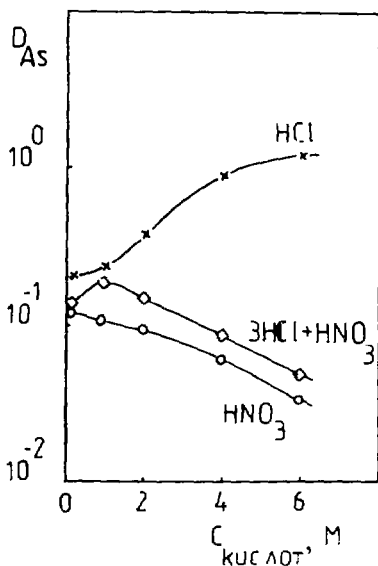


Рис.5. Зависимость  $D_{As}$  от концентрации кислот.

Зависимость  $D_{Au}$  от концентрации  $HCl$  имеет экстремум, что связано, по-видимому, с высаливающим действием  $Cl^-$ -иона и конкурирующей экстракцией  $HCl$ . Максимальные значения  $D_{Au}$ , равные  $8 \cdot 10^4$ , наблюдали при экстракции из 2-4 М растворов  $HCl$ , при этом во всем изученном интервале  $[HCl]$  коэффициенты распределения  $Au \geq 10^4$ . Для определения столь высоких значений  $D_{Au}$  использовали растворы с высокой удельной активностью  $^{195}Au$ . Соотношение фаз составляло 1:1000. Следует отметить, что приведенные на рис.2 значения  $D_{Au}$  /для р-ров  $HCl$ / занижены, т.к. при выбранном соотношении фаз реальная концентрация ТБФ в системе будет ниже за счет его частичного растворения в водных растворах. При проведении экстракции из предварительно насыщенного ТБФом 1 М  $HCl$   $D_{Au}$  определен равным  $2 \cdot 10^5$ . По-видимому, эту величину правомерно использовать при рассмотрении экстракции  $Au$  ТВЭКСом из растворов вскрытия проб при соотношении фаз 0:В = 1:100, т.к. в этом случае снижение  $[ТБФ]$  будет незначительно.

Коэффициенты распределения  $D_{Au}$  при экстракции из растворов азотной кислоты существенно ниже / ~500/, при этом наблюдали

невоспроизводимость результатов. При проведении трех серий параллельных экспериментов нам не удалось проследить какой-либо зависимости  $D_{Au}$  от  $[HNO_3]$ . Значения  $D_{Au}$  изменялись случайным образом в интервале  $10^2-10^3$ . Известно, что золото не образует устойчивых ацидокомплексов с  $NO_3^-$ -ионами в исследуемом в работе интервале  $[HNO_3]^{1/8}$ . По-видимому, условия приготовления азотнокислых растворов не обеспечивали полного перевода Au в нитратную форму, и экстрагируемой формой, как и в случае хлоридных сред, являлся комплекс  $AuCl_4^-$ . Невоспроизводимость значений  $D_{Au}$  связана, вероятно, с неконтролируемым изменением концентрации  $Cl^-$ -ионов в растворах.

При экстракции Au из  $3HCl-HNO_3$  растворов повышение кислотности приводило к уменьшению значений  $D_{Au}$  с  $2 \cdot 10^4$  /при 12-кратном разбавлении царской водки/ до  $\sim 10^3$  /1:1/ /рис.2/. По-видимому, это связано с конкурирующей экстракцией  $HNO_3$ . Исследуемый в работе интервал  $[Au]$  в растворах  $HCl$  составлял  $10^{-8}-10^{-4}$  М, что соответствовало его содержанию в анализируемых образцах 0,01-100 г/т. Зависимости  $D_{Au}$  от  $[Au]$  не наблюдали; значения коэффициентов распределения при всех исследуемых  $[Au]$  были  $\geq 10^4$ .

Повышение температуры экстракции с  $20^\circ C$  до  $70^\circ C$  приводило к уменьшению  $D_{Au}$  с  $5 \cdot 10^5$  до  $9 \cdot 10^3$ . Исходя из этого, опыты по экстракционному выделению Au из пульп вскрытия проводили при комнатной температуре.

На рис.3-5 представлены зависимости  $D$  от концентрации кислот при экстракции Zn, Pb и As из хлоридных, нитратных и хлоридно-нитратных растворов. Можно видеть, что наиболее высокие значения  $D$  реализуются в растворах  $HCl$ . Наименее экстрагируемыми являются нитратные комплексы: значения  $D$  цинка, свинца и мышьяка не превышают  $\sim 10^{-1}$ , повышение  $[HNO_3]$  сопровождается уменьшением  $D$ .

В случае хлоридных и хлоридно-нитратных растворов зависимости  $D_{Zn, Pb}$  от концентрации кислот имеют вид кривых с максимумами. Это можно объяснить изменением состава экстрагируемых комплексов ( $MeCl_2^-$ ,  $MeCl_2^0$ ,  $MeCl_4^{2-}$ ) и влиянием на экстракцию двух факторов: высаливающего действия  $Cl^-$ -ионов и конкурирующей экстракции кислот. Уменьшение  $D_{Zn, Pb}$  с ростом кислотности при экстракции из хлоридно-нитратных растворов имеет более резкий вид, чем у хлоридных систем. По-видимому, это связано с лучшей экстрагируемостью  $HNO_3$  по сравнению с  $HCl$ .

Сопоставление представленных на рис.2-5 результатов показывает, что оптимальными для селективного выделения золота являются хлоридные или хлоридно-нитратные растворы с кислотностью не более 1 М. Соотношение фаз О:В = 1:100 должно обеспечивать количественное / $\geq 99\%$ / извлечение Au в ТВЭКС, степень экстрак-



ции Pb и As при этом не будет превышать 0,1%. Для отделения Zn предпочтительнее проведение экстракции из хлоридно-нитратных растворов.

2. Реэкстракция золота растворами тиомочевины. Выше отмечалось, что в случае возбуждения характеристического излучения золота вторичным монохроматическим излучением предпочтительнее проведение анализа в тонких слоях. Предварительными экспериментами было установлено, что предел обнаружения Au ( $L_D$ ) при РФ-анализе эталонных образцов составляет 0,02 мкг /время измерений 10 мин/. Таким образом, хотя введение дополнительной операции /перевод Au из ТВЭКСа в тонкую мишень/ и несколько усложняет методику РФ-анализа, появляется возможность исследований образцов с содержанием Au  $\approx$  0,01 г/т, что существенно расширяет области применения РФА.

Первой стадией перевода золота из фазы ТВЭКСа в тонкую мишень являлась его реэкстракция. В предварительных экспериментах исследовали реэкстракцию  $^{195}\text{Au}$  1-10%-ными растворами гидразина, муравьиной кислоты, иодида калия, роданида калия, хлорида аммония, аммиака и тиомочевины. Концентрации этих соединений в водных растворах и условия реэкстракции были выбраны с учетом литературных данных по реэкстракции и десорбции Au(III) из различного класса сорбентов и экстрагентов  $^{9-12}$ . Наиболее эффективным оказалось использование растворов тиомочевины. В рекомендуемых авторами  $^{12}$  условиях /5%  $(\text{NH}_2)_2\text{CS}$  в 0,5% HCl / в раствор переходило  $\approx$  80%  $^{195}\text{Au}$  /в остальных случаях степень реэкстракции не превышала 50%/.

Условия количественного / $\geq$  98%/ перевода золота из фазы ТВЭКСа в растворы тиомочевины были определены нами на основании изучения влияния различных факторов на поведение  $^{195}\text{Au}$  в системе ТБФ-растворы  $(\text{NH}_2)_2\text{CS}$   $^{13}$ . Для получения концентратов золота в виде тонких мишеней фазы /ТВЭКС - раствор тиомочевины/ по окончании контактирования разделяли и реэкстракт упаривали в полиэтиленовых цилиндрах, на дно которых помещали диски фильтровальной бумаги равного цилиндрам диаметра / $\sim$  1 см/. Содержание золота в тонких мишенях определяли рентгенофлуоресцентным методом в варианте двухступенчатого возбуждения.

3. Определение содержания золота в стандартных образцах. В таблице приведены данные по содержанию золота в исходных стандартных пробах /аттестованное значение/, образцах ТВЭКСа после экстракционного выделения Au из хлоридных /при пропускании  $\text{Cl}_2$  / и хлоридно-нитратных пульп вскрытия /определяли нейтронно-активационным методом на микротроне МТ-25 ЛЯР ОИЯИ  $^{14}$ / и соответствующих им тонких мишенях /РФА/.

Определение содержания золота в образцах  
ТВЭКСов и тонких мишенях

Образец /вес, г/ [Au] г/т - атт.зн.	Условия экстракции	Содержание Au, мкг	
		ТВЭКС /ПАА/	Тонкие мишени /РФА/
[Au] <sub>0</sub> , мкг - абс.сод.			
СЗК-1 /2,50/ $\frac{36 \pm 1}{90 \pm 2,5}$	Хлоридные р-ры + Cl <sub>2</sub> (I)	87 ± 5*	85 ± 8*
	Хлоридно- нитратные (II)	88 ± 5	87 ± 4
СЗР-1 /25,0/ $\frac{4,5 \pm 0,1}{112,5 \pm 2,5}$	I	105 ± 5	120 ± 15
	II	115 ± 5	105 ± 5
РУС-2 /25,0/ $\frac{1,6 \pm 0,2}{40 \pm 5}$	I	34 ± 3	45 ± 6
	II	35 ± 2	36 ± 2
РУС-3 /25,0/ $\frac{1,7 \pm 0,2}{42,5 \pm 5}$	I	43 ± 4	46 ± 6
	II	42 ± 2	41 ± 2
КМ-1 /25,0/ $\frac{3,8 \pm 0,1}{95 \pm 2,5}$	I	91 ± 6	101 ± 15
	II	92 ± 5	91 ± 5
СЗХ-2 /25,0/ $\frac{2,0 \pm 0,1}{50 \pm 2,5}$	I	42 ± 3	47 ± 9
	II	44 ± 2	46 ± 2

\*Здесь и далее в таблице приведены ошибки измерений, рассчитанные как  $\sigma = \sqrt{I + 2I_{\Phi}}$ , где I - площадь пика, I<sub>Φ</sub> - площадь фона под пиком.

Абсолютные содержания Au в ТВЭКСах и исходных образцах удовлетворительно совпадают, т.е. наблюдается полное выщелачивание золота в раствор и количественное извлечение твердым экстрагентом. Содержание Au в тонких мишенях, полученных в схеме, включающей экстракцию из хлоридно-нитратных растворов, также соответствует аттестованным значениям стандартных образцов. При выделении золота из хлоридных пульп /при хлорировании/ наблюдали существенное увеличение содержания свинца в тонких мишенях, что затрудняло их РФ-анализ. В связи с этим нами было дополнительно изучено распределение Pb в системе HCl-ТВЭКС /ТБФ/ при хлорировании растворов. Полученные результаты приведены на рис.4. Можно видеть, что в присутствии Cl<sub>2</sub> коэффициенты распределения свинца / ~10<sup>3</sup>/ существенно превышают полученные нами /рис.4/ и известные литературные данные по экстракции хлоркомплексов Pb(II)<sup>15</sup>. По-видимому, в насыщенных Cl<sub>2</sub> растворах HCl реализуются условия стабилизации комплексов Pb(IV). В литературе нет данных по экстракции Pb(IV). Возможно, что аналогично Sn(IV)<sup>16</sup> экстрагируемым ТБФом комплексом является PbCl<sub>6</sub><sup>2-</sup>.

Таким образом, оптимальным для РФ-определения золота в тонких мишенях является проведение его предварительного извлечения ТВЭКСом из хлоридно-нитратных пульп вскрытия. Метрологическую оценку методики в целом проводили с использованием стандартов СЗР-1 и СЗХ-2. Содержание золота в тонких мишенях /в пересчете на 1 г исходного образца/ определено равным 4,3 ± 0,3 /СЗР-1/ и 1,9 ± 0,2 мкг /СЗХ-2/, число параллельных опытов 6, доверительный интервал 0,95. Относительное стандартное отклонение (S<sub>r</sub>) не превышало 0,1. Пределы обнаружения и определения золота при анализе стандартных образцов составили 0,04 и 0,2 мкг.

## ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Приведенные выше результаты позволяют рекомендовать для анализа природных образцов с содержанием золота ≥ 0,01 г/т следующую схему экстракционно-рентгенофлуоресцентного определения:

### Исходный образец

25 г, = 75 мкм

1. Вскрытие растворами 3HCl - HNO<sub>3</sub> с предварительной обработкой HNO<sub>3</sub> и обжигом при 600 °С в течение 15 мин.
2. Экстракционное извлечение Au из хлоридно-нитратных пульп /с кислотностью ≈ 1 M/ ТВЭКСом /40% ТБФ/ /соотношение фаз 0:В = 1:100, время контакта 20 мин/.

3. Перевод Au в тонкую мишень /реэкстракция раствором тиомочевины, упаривание реэкстракта/.

4. Рентгенофлуоресцентное определение Au в тонких мишенях /монохроматическое излучение вторичной мишени из циркония, время измерений 5-10 мин/.

Данная методика является экспрессной и характеризуется высокой воспроизводимостью.

В заключение авторы приносят благодарность академику Г.Н.Флерову за постоянное внимание и интерес к работе, А.Г.Белову, Ш.Гэрбишу за помощь при проведении НАА на микротроне МТ-25 ЛЯР ОИЯИ.

#### ЛИТЕРАТУРА

1. Шестаков В.А., Петрухин О.М. - Ж.аналит.химии, 1987, т.42, № 6, с.965.
2. Hirose A., Ishii D. - J.Radioanal. Chem., 1977, v.41, p.37.
3. Дмитриев С.Н. и др. - ОИЯИ, 12-84-127, Дубна, 1984.
4. Porter D.E. - X-Ray Spectrom., 1973, v.2, p.85.
5. Currie L.A. - Anal Chem., 1968, v.40, p.586.
6. Журавлева Е.Л. - ОИЯИ, 14-80-358, Дубна, 1980.
7. Методы определения золота и серебра при геохимических исследованиях /Сост. Цимбалист В.Г./ - Новосибирск: Наука, 1984.
8. Реми Г. - Курс неорганической химии. М.: Мир, 1974, т.2.
9. Бусев А.И., Иванов В.М. - Аналитическая химия золота. М.: Наука, 1973.
10. Yadav A.A., Khopkar S.M. - Sep.Sci., 1970, v.5, p.637.
11. Gabriel N.F., Low H.H. - Anal. Chem., 1983, v.55, p.1647.
12. Sundberg L.L. - Anal. Chem., 1975, v.47, p.2037.
13. Shishkina T.V., Dmitriev S.N., Shishkin S.V. - JINR, E12-90-105, Dubna, 1990.
14. Базаркина Т.В. и др. - ОИЯИ, 18-12629, Дубна, 1979.
15. Yadav A.A., Khopkar S.M. - Talanta, 1971, v.18, p.833.
16. Specker H. et al. - Angew. Chem., 1959, v.71, p.492.

Рукопись поступила в издательский отдел  
6 марта 1990 года.