

Перед проведением исследования был проведен литературный обзор по методам определения витамина С. В результате проведенного обзора были выбраны наиболее простые и экспрессные титриметрический и спектрофотометрический методы анализа.

Титриметрический метод заключался в прямом титровании исследуемого образца витамина С раствором йода. Конечная точка титрования определялась по изменению окраски анализируемого раствора.

Спектрофотометрический метод заключался в регистрации спектров поглощения водных

растворов витамина С в диапазоне длин волн от 220 до 400 нм. В соответствии с литературными данными максимум поглощения должен соответствовать длине волны 256 нм.

Проведенные исследования на модельном растворе витамина С, а также на лекарственном препарате «Аскорбиновая кислота» в виде раствора для инъекций показали, что выбранные методы анализа дают точные и воспроизводимые результаты, а следовательно могут быть применены для анализа выбранных коммерческих БАД.

### Список литературы

1. Сало В. М. *Витамины и жизнь*. – М.: Наука, 1969.
2. *Курс аналитической химии / Цитович И.К. / 7-е изд., стер.* – СПб.: изд. «Лань», 2004. – 496с.
3. ОФС.1.2.3.0017.15. *Методы количественного определения витаминов*.
4. *Физико-химические методы анализа: Тексты лекций по дисциплине «Аналитическая химия и физико-химические методы анализа» для студентов химико-технологических специальностей заочной формы обучения / А.Е. Соколовский, Е.В. Радион.* – Минск.: БГТУ, 2007. – 128с.
5. *ГОСТ Р 52690-2006 Продукты пищевые. Вольтамперометрический метод определения массовой концентрации витамина С.*
6. *Вольтамперометрические методы анализа. Методические указания к выполнению лабораторных работ по курсу «Аналитическая химия» для студентов 2 курса химического факультета / Сост. Шрайбман Г.Н., Серебренникова Н.В., Халфина П.Д., Иванова Н.В.; Шлепанова Г.А.* – Кемерово: КемГУ, 2004. – 31с.

## ПРОБОПОДГОТОВКА УГЛЕЙ И ЛИГНИТОВ ДЛЯ МАСС-СПЕКТРОМЕТРИЧЕСКОГО И ИСП ОПРЕДЕЛЕНИЯ ЛАНТАНОИДОВ

С.И. Метелица, Н.С. Кузьмин

Научный руководитель – к.х.н., старший научный сотрудник О.В. Буйко

*Сибирский Федеральный университет*

*660041 Россия, г. Красноярск, пр. Свободный 79*

Для определения содержания микропримесей в угольных материалах и лигнитах используют методы атомной спектроскопии. Для вскрытия образцов принят метод сухого озоления, при котором угольный материал окисляется при температурах 400–800 °С с доступом воздуха, а затем оксидный остаток растворяется в смесях концентрированных кислот [1]. Особенностью исследуемых материалов является большая массовая доля углерода, окисляющаяся при обжиге, и малое количество зольного остатка. Существенным недостатком способа вскрытия является большая продолжительность процедуры и возможные потери легколетучих компонентов,

например, ртути, мышьяка, селена. Поэтому оптимизация процесса вскрытия углеродсодержащих материалов является актуальной задачей.

Для устранения указанных недостатков предложено использовать микроволновую пробоподготовку. Показано, что последовательная обработка углеродсодержащих образцов горячей концентрированной серной кислотой, а затем смесью азотной и хлороводородной кислот позволяет переводить их в растворенную форму без предварительного окислительного обжига. Навеску угля материала массой 0,1 г помещают во фторопластовый автоклав, прибавляют 2 мл концентрированной серной кислоты и нагрева-

**Таблица 1.** Содержание диспрозия, лантана и самария в образце лигнита и бурого угля, полученное при микроволновом вскрытии и предварительном окислительном обжиге (масс. %)

	Лигнит		Бурый уголь	
	Окислительный обжиг	Микроволновое вскрытие	Окислительный обжиг	Микроволновое вскрытие
Dy	0,65	0,66	1,23	1,24
La	1,12	1,18	1,45	1,45
Sm	0,58	0,56	0,67	0,66

ют при 210 °С в течение 20 минут. Газообразные продукты при этом практически не выделяются. Затем содержимое автоклава охлаждают и прибавляют 4 мл смеси  $\text{HNO}_3:\text{HCl}$  (3:1). При вскрытии лигнита необходимо, кроме того, добавить 1 мл концентрированной ортофосфорной кислоты. Содержимое автоклава нагревают до 150 °С и выдерживают в течение 10 минут, затем температуру повышают до 200 °С и выдерживают в течение 40 минут. Содержимое охлаждают, количественно переносят в мерную колбу, доводят до метки деионизированной водой. Перед последующим масс-спектрометрическим определением лантаноидов образец разбавляют в 100–500 раз, обеспечивая концентрацию азотной кислоты 2 % (масс). Содержание находят по градуировочному графику.

Непосредственное воздействие смеси азотной и хлороводородной кислот на углеродные материалы при атмосферном давлении, как правило, не приводит к их растворению ввиду химической инертности кристаллической решетки графита. При температуре > 200 °С заметное растворение образца наблюдается в течение нескольких часов. Предварительная обработка углеродного материала концентрированной серной кислотой при 210 °С в течение 20–30 минут, а затем смесью концентрированных азотной и

хлороводородной кислот, позволяет ускорить этот процесс и уменьшить продолжительность вскрытия до 20–40 минут. Показано, что примеси упорных углеродных материалов, не вскрывающихся количественно за указанное время, полностью переходят в раствор. Результат определения лантаноидов при этом не отличается от того, который получается при количественном вскрытии углеродного материала (таблица 1), в том числе при использовании стандартной методики [1].

При нагревании образца со смесью азотной и хлороводородной кислот стабилизация давления в автоклаве свидетельствует о прекращении выделения газообразных продуктов реакции и, как следствие, об окончании процесса растворения (20–25 минут при 200 °С).

Таким образом, применение метода микроволнового разложения позволяет значительно интенсифицировать пробоподготовку лигнитов и углей без снижения качества получаемых результатов. Предложенный способ наряду с экспрессностью предотвращает потери летучих компонентов, в том числе, ртути, мышьяка, селена, что невозможно при окислительном обжиге в соответствии с [1]. Исследование выполнено при финансовой поддержке РФФИ в рамках научного проекта № 18-33-00105.

### Список литературы

1. *ГОСТ 10175-75 Угли бурые, каменные, антрациты, углистые аргиллиты и алевроиты. Метод определения содержания германия.*