

УДК 543.4 + 546.59

Дж. А. МИКАЕЛЯН, А. Г. ХАЧАТРЯН

## ИЗУЧЕНИЕ ВЗАИМОДЕЙСТВИЯ БРОМОАУРАТА С АКРИФЛАВИНОМ ЭКСТРАКЦИОННО-АБСОРБЦИОМЕТРИЧЕСКИМ МЕТОДОМ В СЕРНОКИСЛОЙ СРЕДЕ

Для экстрагирования бромоаурата акрифлавина из серно-кислых сред эффективным экстрагентом является смесь дихлорэтана с трихлорэтиленом (3:1). Оптимальная кислотность водной фазы рН 4,0-1,0. Градуировочный график прямолинеен в интервале содержаний 0,18-2,88 мкг золота в 1 мл. Соотношение золота (Ш) и акрифлавина в экстрагируемом ионном ассоциате равно 1:1. Среднее значение кажущегося коэффициента молярного погашения  $\epsilon_{455} = 6,3 \cdot 10^4$ .

Разработан экстракционно-фотометрический метод определения золота в золотосодержащих производственных растворах.

Ранее для экстракционно-фотометрического определения микрограммовых количеств золота нами был применен акрифлавин в соляно-кислой среде [1]. Настоящая работа посвящена изучению взаимодействия бромоаурата с акрифлавином в бромидно-серно-кислой среде с целью разработки метода экстракционно-фотометрического определения микроколичеств золота в золотосодержащих производственных растворах.

**Экспериментальная часть.** Стандартные растворы золота (Ш) и акрифлавина готовили, как описано в [1], раствор бромидкалия готовили из точной навески препарата квалификации "хч".

Равновесные значения рН водной фазы контролировали рН-метр-милливольтметром рН-121. Спектры поглощения органических экстрактов снимали на спектрофотометре СФ-16.

С целью выбора наиболее подходящего экстрагента были испытаны различные органические растворители и их бинарные смеси. В пробирки с протертыми пробками объемом 25 мл вводили стандартный раствор хлороаурата, серной кислоты и бромидкалия, акрифлавина, доводили объем водной фазы до 10 мл и добавляли 10 мл органического растворителя. После двух-трехминутного встряхивания и разделения фаз измеряли оптическую плотность органических экстрактов. Аналогичным образом готовили "холостые", не содержащие золота (Ш), экстракты. Наиболее подходящим экстрагентом оказалась смесь дихлорэтана с трихлорэтиленом в объемном соотношении 3:1, которая обеспечивает максимальную оптическую плотность экстрактов ионных ассоциатов и низкую оптическую плотность "холостых" экстрактов. Экспериментальные данные по выбору экстрагента приведены в табл.1.

Зависимость оптической плотности экстрактов бромоаурата акрифлавина и "голоты" экстрактов от природы экстрагента:

$$C_{Au} = 3,4 \cdot 10^{-6} M; C_{AF} = 1,9 \cdot 10^{-4} M; C_{Br} = 1,0 \cdot 10^{-3} M.$$

Растворитель	$A_{\text{соед./хол.}}$	$A_{\text{хол./раств}}$
бензол	0,020	0
толуол	0,040	0
ксилол	0,013	0
этилацетат	0,250	0,035
бутилацетат	0,290	0,035
амилацетат	0,040	0,007
изобутилацетат	0,105	0,007
изоамилацетат	0,040	0,007
трихлорэтилен	0,002	0
тетрахлоруглерод	0,015	0
хлороформ	0,015	0,006
дихлорэтан	0,300	0,120
дихлорэтан (ДХЭ) - тетрахлоруглерод (ТХЭ)		
9:1	0,290	0,075
8:2	0,210	0,060
7:3	0,190	0,040
1:1	0,035	0
дихлорэтан (ДХЭ) - трихлорэтилен (ТрХЭ)		
9:1	0,300	0,070
8:2	0,245	0,060
3:1	0,245	0,020
7:3	0,240	0,045
1:1	0,075	0
дихлорэтан (ДХЭ) - этилацетат (ЭА)		
9:1	0,280	0,075
7:3	0,260	0,085
1:1	0,270	0,075
3:7	0,275	0,050
1:9	0,250	0,025

Максимумы на спектрах светопоглощения экстрактов бромоаурата акрифлавина и простой соли этого красителя наблюдаются при длине волны 455 мμ (рис.1).

Для определения оптимальных условий экстракции была изучена зависимость оптической плотности экстрактов от кислотности водной фазы в интервале от рН 4,0 до 7,0 N по серной кислоте. Кислотность водной фазы регулировали добавлением серной кислоты. Как видно из графика зависимости  $A=f[H^+]$  на рис.2, наибольшие и практически одинаковые значения оптической плотности органических экстрактов бромоаурата акрифлавина наблюдаются в интервале рН 4,0-1,0. В дальнейшем экстракцию проводили при кислотности водной фазы, соответствующей рН 1,0.

Для обеспечения максимальной оптической плотности органических экстрактов необходима концентрация бромида калия и акрифлавина  $(1,2-4,0) \cdot 10^{-5}$  моль/л и  $(0,96-2,30) \cdot 10^{-4}$  моль/л соответственно в конечном объеме водной фазы.

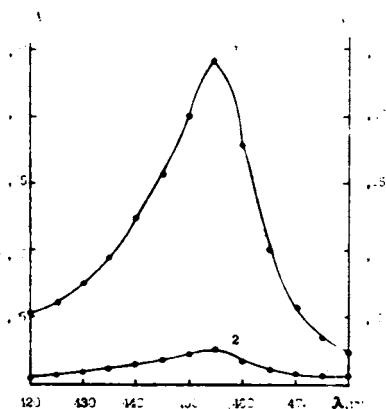


Рис. 1. Спектры поглощения экстрактов бромораурата акрифлавина (1) и "холостых" экстрактов (2):  $C_{\text{АФ}} = 1,0 \cdot 10^{-4}$  моль/л;  $C_{\text{Ау}} = 4,0 \cdot 10^{-6}$  моль/л;  $C_{\text{Вг}} = 2,0 \cdot 10^{-5}$  моль/л;  $l = 1,0$  см; рН 1,0 по серной кислоте.

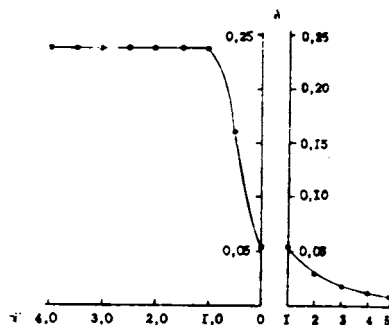


Рис. 2. Зависимость оптической плотности экстрактов бромораурата акрифлавина от кислотности водной фазы:  $C_{\text{АФ}} = 1,0 \cdot 10^{-4}$  моль/л;  $C_{\text{Ау}} = 4,0 \cdot 10^{-6}$  моль/л;  $C_{\text{Вг}} = 2,0 \cdot 10^{-5}$  моль/л;  $l = 1,0$  см.

Образующийся ионный ассоциат практически количественно извлекается в органическую фазу при однократной экстракции в течение трех минут, степень извлечения  $R=88\%$ . Оптическая плотность экстрактов остается постоянной в течение 3 часов.

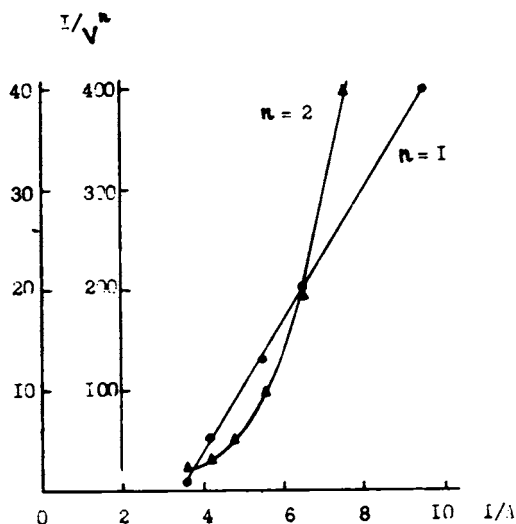


Рис. 3. Определение мольного отношения компонентов в бромораурате акрифлавина  $C_{\text{Ау}} = 4,0 \cdot 10^{-6}$  моль/л;  $C_{\text{Вг}} = 2,0 \cdot 10^{-5}$  моль/л; рН 1,0 по серной кислоте.

В оптимальных условиях экстракции была исследована зависимость оптической плотности экстрактов от концентрации золота (Ш) в водной фазе. Установлено, что эта зависимость прямолинейна в интервале 0,18-2,88 мкг/мл.

Среднее значение кажущегося коэффициента молярного поглощения экстрактов бромолурата акрифлавина при 455 мкм рассчитанное из данных градуировочного графика, составляет  $\epsilon_{455} = 6,3 \cdot 10^4$ . Молярное отношение бромолурат-иона и катиона красителя установлено методом прямой линии Асмуса и оказалось равным 1:1 (рис.3).

Установлено также, что объем водной фазы может быть увеличен до 25 мл, при этом степень извлечения золота не изменяется.

В оптимальных условиях образования и экстракции ионного ассоциата изучено влияние посторонних и сопутствующих ионов на результаты определения золота (Ш). Данные приведены в табл.2.

Таблица 2

Допустимые молярные отношения ионов элементов при экстракции с помощью фотохимического определения 10 мкг/мл:

$$C_{Br-} = 1,8 \cdot 10^{-3} M; C_{АФ} = 1,9 \cdot 10^{-4} M; l = 1 \text{ см}; \lambda = 455 \text{ мкм}$$

Элемент	$K = C_{эл} / C_{Au}$
кобальт	$1,33 \cdot 10^5$
марганец (II)	$1,33 \cdot 10^5$
алюминий	$1,00 \cdot 10^5$
никель	$1,33 \cdot 10^5$
кальций	$1,66 \cdot 10^5$
цинк	$1,33 \cdot 10^5$
магний	$1,33 \cdot 10^5$
медь (II)	$1,66 \cdot 10^5$
хлориды	$1,66 \cdot 10^5$
нитраты	$0,80 \cdot 10^2$

Определение также платина (IV), палладий (II), таллий (III).

На основании полученных результатов разработан экстракционно-фотометрический метод определения золота, который был апробирован на золотосодержащих производственных растворах.

**Ход определения.** Аликвотный объем анализируемого производственного раствора (20 мл) переносят в колбу Эрленмейера, добавляют 10-15 мл смеси 10%-ных растворов серной и азотной кислот (3:1). Колбу переносят на электроплитку и упаривают до объема 5-8 мл, время от времени перемешивая. Далее проводят денитрацию дистиллированной водой или раствором серной кислоты с pH 2,0. Снова упаривают до объема примерно 5 мл. Эту операцию повторяют три-четыре раза. К полученному раствору объемом 5 мл добавляют 50-60 мл горячей дистиллированной воды, отфильтровывают, остаток на фильтре промывают горячей дистиллированной водой, собирают фильтрат и доводят его объем до 100 мл раствором серной кислоты с pH 1,0. Отбирают аликвотную часть этого раствора (1,0 мл), добав-

ляют 1,8 мл 1,0 · 10<sup>-3</sup> моль/л раствора бромида калия; 0,5 мл 0,05%-ного раствора акрифлавина и серной кислотой с рН 1,0 доводят объем водной фазы до 10 мл, после чего добавляют 5 мл смеси дихлорэтан – трихлорэтилен (3:1).

Встряхивают в течение 3 минут, отделяют органическую фазу и измеряют оптическую плотность органических экстрактов при λ = 455 нм.

Таблица 3

Результаты определения золота в производственных растворах:  
n = 6, P = 0,05

Содержание золота в 2 мл пробы, мкг	C <sub>x</sub> , мкг/2 мл	s	s <sub>r</sub>	C <sub>x</sub> ± δ
2,38	2,402	0,026	0,011	2,40 ± 0,02
2,41				
2,40				
2,41				
2,40				
2,41				

Содержание золота в производственных растворах определяют из градуировочного графика или методом добавок. Результаты определения золота в производственных растворах Ереванской ювелирной фабрики приведены в табл.3.

Кафедра аналитической химии

Поступила 10.10.1989

### Л И Т Е Р А Т У Р А

1. Тараян В.М., Микаелян Дж.А. Экстракционно-абсорбиметрическое определение золота акрифлавином в сернозольной среде. - Уч. зап. ЕГУ, 1980, №3 (145), с.90-94.

### Ա մ փ ո ւ փ ո մ

Ցույց է տրված, որ ծծմբաթթվական միջավայրից ակրիֆլավինի բրոմաուրատի կորզման համար արդյունավետ կորզիչ է համարվում դիքլորէթանի և տրիքլորէթիլենի 3:1 բինար խառնուրդը:

Թվացող մարման մոլային գործակիցը՝  $\epsilon_{455} \approx 6,3 \cdot 10^4$ :

Ոսկու և ակրիֆլավինի հարաբերությունը կորզվող իոնային ասոցիատում կազմում է 1:1: Մշակված է ոսկու կորզման ֆոտոմետրական եղանակ ակրիֆլավինով ոսկի պարունակող արտադրական ջրերում:

### SUMMARY

It has been shown that the mixture dichlorethane-trichloroethylene (3:1) is the most efficient for extraction of acriflavine bromaurate from sulphuric acid solutions. The molar extinction coefficient equals  $6.3 \cdot 10^4$  and the molar ratio between gold (III) and acriflavine in extracting ionic associates equals 1:1.

Extraction-photometric method has been worked out for determination of gold in industrial waters of Yerevan jewelry factory.