

Химия

УДК 546.92+546.681

Е. Н. ОВСЕПЯН, Дж. А. МИКАЕЛЯН, А. Г. ХАЧАТРЯН

ЭКСТРАКЦИОННО-ФОТОМЕТРИЧЕСКОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ
МИКРОГРАММОВЫХ КОЛИЧЕСТВ ПЛАТИНЫ
(IV) РОДАМИНОМ 6Ж

Для экстракционно-фотометрического определения микрограммовых количеств платины применен основной краситель родамин 6Ж. Найдены оптимальные условия экстракции, определен диапазон определяемых концентраций, установлено среднее значение кажущегося коэффициента молярного поглощения и соотношение компонентов в извлекаемом ионном ассоциате. Изучены устойчивость органических экстрактов во времени и влияние различных ионов на избирательность экстракции платины (IV) родамином 6Ж. Разработана методика экстракционно-фотометрического определения платины в катализаторах.

Ранее для экстракционно-фотометрического определения платины нами были применены метиловый зеленый, кристаллический фиолетовый и фуксин [1—3]. Настоящая работа посвящена изучению возможности экстракционно-фотометрического определения микроколичеств платины (IV) красителем ксантенового ряда родамином 6Ж.

Исходный раствор платины (IV) готовили по методике, описанной в более ранней работе [1], из металлической платины со степенью чистоты 99,99%. Растворы платины меньших концентраций готовили соответствующим разбавлением исходного раствора в соляной кислоте.

Использовали водные растворы родамина 6Ж квалификации «кч».

Равновесное значение рН водной фазы контролировали на потенциометре ЛПУ-01 со стеклянным электродом. Значения оптической плотности (ОП) измеряли на спектрофотометре СФ-16. Органические растворители, использованные в качестве экстрагентов, имели квалификацию «кч» или «чда», дихлорэтан квалификации «ч» использовали после предварительной обработки концентрированной серной кислотой и перегонки при температуре $81 \pm 1^\circ\text{C}$.

Результаты и их обсуждение. Для выбора подходящего экстрагента использованы различные органические растворители и их смеси. К водным фазам объемом 10 мл, содержащим одинаковые количества платины (IV), родамина 6Ж и соляной кислоты, добавляли равные объемы соответствующих органических растворителей. После двухминутного встряхивания и разделения фаз измеряли ОП органических экстрактов. Наиболее пригодными для экстракции ионного ассоциата хлороплатината родамина 6Ж оказались бензол и толуол. В дальнейшей работе в качестве экстрагента использовали толуол, принимая во внимание его безвредность. Результаты экспериментов по выбору экстрагента приведены в табл. 1.

Экстракция хлороплатината родамина 6Ж различными органическими растворителями

Экстрагент	$A_{x/p}$	$A_{c/x}$
бензол-ацетон (1:1)	0,25	0,56
толуол-ацетон (1:1)	0,20	0,49
ксилол-ацетон (1:1)	0,15	0,45
бутилацетат	0,08	0,08
этилацетат	0,42	0,13
амилацетат	0,08	0,06
изоамилацетат	0,03	0,09
дихлорэтан	0,11	0,00
дихлорэтан-этилацетат (1:1)	0,02	0,00
трихлорэтилен	0,17	0,13
хлороформ	0,17	0,00
тетрахлоруглерод	1,23	0,00

$A_{x/p}$ —оптическая плотность «холостого» экстракта; $A_{c/x}$ —оптическая плотность экстракта ионного ассоциата: $C_{pt} = 2,3 \cdot 10^{-6}$ моль/л; $C_{KCl} = 2,5 \cdot 10^{-3}$ моль/л; $C_{красителя} = 4,1 \cdot 10^{-5}$ моль/л; pH 1,0 по соляной кислоте.

При использовании в качестве экстрагента бензола или толуола ионный ассоциат экстрагируется в виде твердой фазы, которая растворяется при добавлении ацетона (из расчета 7 мл ацетона на 3 мл толуола).

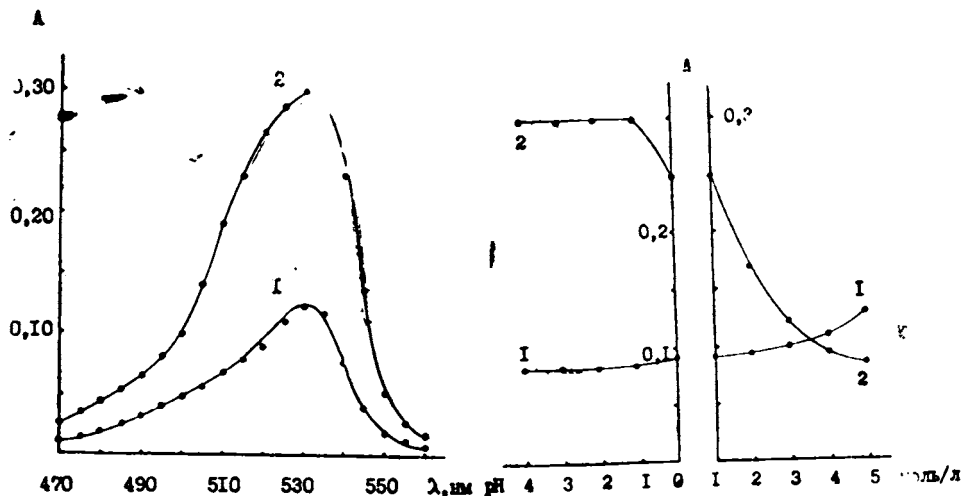


Рис. 1. Спектры поглощения экстрактов родамина 6Ж (1) и хлороплатината родамина 6Ж (2); $C_{pt} = 2,3 \cdot 10^{-6}$ моль/л; $C_{KCl} = 2,5 \cdot 10^{-3}$ моль/л; $C_{красителя} = 4,1 \cdot 10^{-5}$ моль/л; $b = 1,0$ см; pH 1,0 по соляной кислоте.

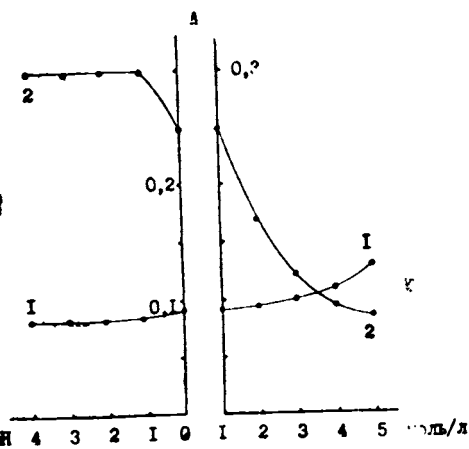


Рис. 2. Зависимость оптической плотности экстрактов родамина 6Ж (1) и хлороплатината родамина 6Ж (2) от кислотности водной фазы: $C_{pt} = 2,3 \cdot 10^{-6}$ моль/л; $C_{KCl} = 2,5 \cdot 10^{-3}$ моль/л; $C_{красителя} = 1,3 \cdot 10^{-5}$ моль/л; $b = 1,0$ см.

Максимальное светопоглощение толуольных экстрактов хлороплатината родамина 6Ж и простой соли красителя наблюдается при 530 нм (рис. 1). Для установления оптимальных условий экстракции была

изучена зависимость ОП толуол-ацетоновых экстрактов от кислотности водной фазы в широком интервале от рН 4,0 до 5,0 моль/л по соляной кислоте (рис. 2). Как видно из рис. 2, область оптимальной кислотности находится в интервале рН 1,0—4,0. При этом обеспечивается минимальная ОП «холостых» экстрактов. Дальнейшие эксперименты проводились при рН 1, исходя из практических соображений.

Максимальное извлечение ионного ассоциата хлороплатината роданина 6Ж в органическую фазу наблюдается при концентрации хлорид-ионов $2,5 \cdot 10^{-4}$ — $1,0 \cdot 10^{-2}$ моль/л по хлориду калия и концентрации красителя $2,5 \cdot 10^{-5}$ — $6,2 \cdot 10^{-5}$ моль/л в конечном объеме водной фазы. Образующийся ионный ассоциат практически полностью переходит в органическую фазу в процессе однократной экстракции в течение двух минут ($R=89\%$). Диапазон определяемых концентраций составляет 0,4—5,8 мкг платины в 10 мл органической фазы. Среднее значение кажущегося коэффициента молярного поглощения, рассчитанное по данным градуировочного графика, равно $1,3 \cdot 10^5$. Оптическая плотность экстрактов остается неизменной в течение 72 часов.

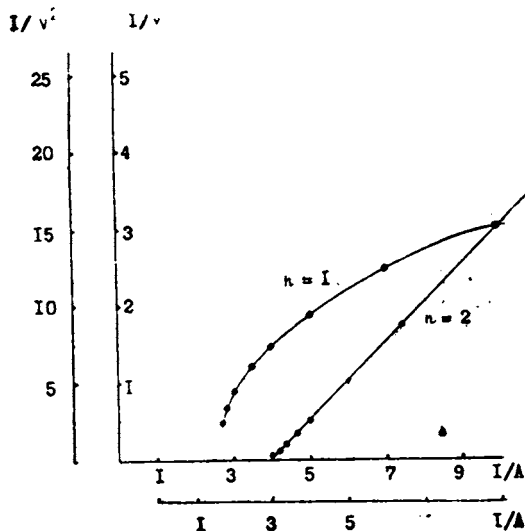


Рис. 3. Определение соотношения реагирующих компонентов в экстрактах хлороплатината роданина 6Ж методом прямой линии Асмуса: $C_{Pt} = 2,3 \cdot 10^{-6}$ моль/л; $C_{KCl} = 2,5 \cdot 10^{-3}$ моль/л; рН 1,0 по соляной кислоте; $b=1,0$ см.

Таблица 2

Результаты определения платины в катализаторах
($n=6$; $P=0,95$; навеска 0,2635 г)

Катализатор	Паспортное содержание платины, %	Найдено платины, %	$A_{c/\tau}$ на 1 мл аликвота	$\bar{A}_{c/\tau}$	S	$\bar{A}_{c/\tau} \pm \frac{t_{\alpha, S}}{\sqrt{n}}$
образец № 1	0,20	0,21	0,46 0,49 0,48 0,45 0,45 0,45	0,463	0,017	0,46 ± 0,01

Мольное соотношение хлороплатинат-иона к катиону красителя в образующемся соединении было установлено методом прямой линии Асмуса и оказалось равным 1:2 (рис. 3).

В установленных оптимальных условиях была изучена избирательность экстракции платины (IV) родамином 6Ж. При концентрации платины $2,3 \cdot 10^{-6}$ моль/л в конечном объеме определению не мешают 10^5 -кратные количества меди (II), 10^4 -кратные количества кальция, алюминия, кадмия, кобальта (II), 10^3 -кратные количества магния, цинка, никеля (II), железа (III), осмия (VIII), церия (III), 10^2 -кратные количества марганца (II). Определению платины родамином 6Ж мешают золото (II), палладий (II) и сурьма (V).

На основании полученных данных разработана методика экстракционно-фотометрического определения, которая использована для определения платины в катализаторах. Ход анализа был описан ранее в работе [2], результаты приведены в табл. 2. При этом были обеспечены оптимальные условия экстракции, приведенные выше.

Кафедра аналитической химии

Поступила 24.02.1988

ЛИТЕРАТУРА

1. Овсепян Е. Н., Чан Ким Тьен, Микаелян Дж. А. Экстракционно-фотометрическое определение микрограммовых количеств платины (IV) метиловым зеленым.— Ж. аналит. химии, 1983, т. 38, № 7, с. 1277—1278.
2. Овсепян Е. Н., Микаелян Дж. А., Чан Ким Тьен. Экстракционно-фотометрическое определение микрограммовых количеств платины (IV) кристаллическим фиолетовым.— Арм. хим. журнал, 1984, т. 37, № 2, с. 86—91.
3. Овсепян Е. Н., Микаелян Дж. А., Чан Ким Тьен. Экстракционно-фотометрическое определение микрограммовых количеств платины (IV) фуксином.— Межвуз. сб. научн. тр.: Химия и химическая технология, Ер.: 1985, № 3, с. 76—84.

Ա մ փ ո փ ո ս մ

Պլատինի միկրոգրամային քանակությունների որոշման համար կիրառված է հիմնային ներկանյութ ուղամին 6Ճ-ն: Որոշված են էքստրակցիայի օպտիմալ պայմանները, կոնցենտրացիաների տիրույթը, թվացող մարման մոլային գործակիցը և լուծահանվող իոնական ասոցիատի մեջ փոխազդող կոմպոնենտների մոլային հարաբերությունը: Ոստմնաստիված է ժամանակի մեջ օրգանական էքստրակտների կայունությունը և տարբեր իոնների ազդեցությունը ուղամին 6Ճ-ով պլատինի լուծահանման ընտրողականության վրա:

Մշակված է կատալիզատորներում պլատինի էքստրակցիոն-ֆոտոմետրիկ որոշման եղանակ:

SUMMARY

The basic dye rhodamine 6G for extraction-photometric determination of microgram quantities of platinum has been used. The optimal conditions for extraction, interval of determining concentrations, averaged value of molar absorption coefficient and molar ratio between components in forming ionic associates have been determined. The stability of organic extracts in time and the influence of different ions on the selectivity of platinum extraction with rhodamine 6G have been studied. A method for extraction-photometric determination of platinum in catalysts have been worked out.