

УДК 543.4+543.54+546.59+668.813

Н.О. ГЕОКЧЯН, А.А. ЕГИАЗАРЯН, Дж.А. МИКАЕЛЯН, А.Г. ХАЧАТРЯН

ИЗУЧЕНИЕ ВЗАИМОДЕЙСТВИЯ БРОМАУРАТА
С ПИРОНИНОМ В СЕРНОКИСЛОЙ СРЕДЕ

Изучено взаимодействие $Au(III)$ с основным красителем оксинового ряда – пиронином B . Образующий ионный ассоциат извлекается бутилацетатом. Установлены оптимальные условия экстракции: кислотность водной фазы, концентрация красителя, диапазон определяемых концентраций золота, состав ионного ассоциата и др.

Метод применен для определения золота (III) в золотосодержащих катализаторах на носителе Al_2O_3 .

Благодаря ценным свойствам золота и применению его в технике, все более возрастает интерес к аналитической химии этого металла.

Повышенные требования к точности, чувствительности и избирательности методов определения микрограммовых количеств золота заостряют внимание аналитиков на экстракционно-абсорбциометрическом и экстракционно-флуориметрическом методах с применением основных красителей. Последние, содержащие гетероатомы S , O , N , особенно выделяются. Представитель оксинового ряда пиронин B , содержащий гетероатом кислорода, был использован нами впервые для определения микроколичеств золота (III) в солянокислой среде [1].

Пиронин B успешно применялся нами и для определения микрограммовых количеств палладия экстракционно-абсорбциометрическим и экстракционно-флуориметрическими методами [2, 3].

Настоящее сообщение посвящено изучению возможности применения основного красителя пиронина B для определения микрограммовых количеств золота (III) в сернокислой среде.

Экспериментальная часть. Стандартный раствор золота (III) готовили растворением стандартной ампулы ($HAuCl_4 \cdot 4H_2O$ – 48,77%) в 0,5 М соляной кислоте. Затем разбавляли дистиллированной водой или рН – 2,0 H_2SO_4 для получения рабочих растворов.

Были использованы как концентрированные, так и разбавленные растворы H_2SO_4 . Раствор пиронина B готовили путем растворения навески препарата квалификации "ч" красителя в дистиллированной воде. Равновесные значения рН водной фазы измеряли рН-метром - милливольтметром "рН - 121". Спектры светопоглощения органических экстрактов снимали на спектрофотометре "СФ-16". Применяемые в качестве экстрагентов органические растворители "х.ч." и "ч." дополнительно не очищали.

Результаты и их обсуждение. Важным условием для проведения экстракции является вопрос о растворителе. С этой целью были использованы различные органические растворители и их бинарные смеси. Наиболее пригодным экстрагентом оказался бутилацетат, который обеспечивает максимальный полезный аналитический сигнал экстрактов бромаурата пиронина B при минимальном фоновом сигнале.

Сняты спектры поглощения экстрактов образованного ионного ассоциата, "холостого" и водной фазы красителя пиронина Б. Максимум светопоглощения наблюдается при длине волны $\lambda=555$ нм. (снято на спектрофотометре ЦФ-16).

Установлено, что оптическая плотность (ОП) растворов с концентрацией лиганда $KBr = (0,5-0,7) \times 10^{-2}$ моль/л и красителя $(0,7-1,2) \times 10^{-3}$ моль/л максимальна при кислотности водной фазы pH 1,0 по H_2SO_4 . Образующийся ионный ассоциат переходит из водной фазы в органическую при 1-кратной экстракции в течение одной минуты. Степень извлечения составляет 92,7%. ОП экстрактов остается неизменной в течение 22 часов.

Диапазон определяемого содержания золота составляет 2,2 - 30,0 мкг Au /5,0 мл водной фазы. Исходя из калибровочного графика был рассчитан молярный коэффициент светопоглощения $\epsilon = 1,1 \cdot 10^5$. Значение St_{min} , рассчитанное по 3S-критерию, равно 0,04 мкг Au/мл. Молярное соотношение между бромаурат-анионом и катионом пиронина Б в образующемся ионном ассоциате было определено методом прямой линии Асмуса и оказалось равным 1:1. Определению 13,0 мкг Au/5 мл водной фазы не мешают миллиграммовые количества алюминия, магния, кальция, цинка, никеля, меди (II), молярные количества нитрата и хлорид-ионов. Определению мешают таллий (III), платина (IV) и палладий (II).

На основании полученных результатов разработана методика экстракционно-абсорбциометрического определения золота в катализаторах, с использованием которой в стандартном образце катализатора с паспортным содержанием золота 0,26% было найдено $0,27 \pm 0,02\%$ при количестве параллельных определений $n=5$ и степени надежности $P=0,95$.

Методика определения золота в катализаторе приведена в литературе [1].

Таким образом, по чувствительности, диапазону определяемого содержания золота и избирательности серноокислая среда превосходит солянокислую.

Кафедра аналитической химии

Поступило 05.05.1998

ЛИТЕРАТУРА

1. Геокчян Н. О., Хачатрян А.Г. Хим. журнал Армении, 1996, т. 49, №1-3, с.111.
2. Геокчян Н. О., Хачатрян А.Г. Арм. хим. ж., 1990, т. 43, №9, с.572.
3. Геокчян Н. О., Хачатрян А.Г. Уч. записки ЕГУ, 1992, № 1, с.129.

Ն.Օ. ԳԵՈՎՉՅԱՆ, Ա.Ա. ԵՂԻԱԶԱՐՅԱՆ, Զ.Ա. ՄԻՔԱՅԵԼՅԱՆ, Հ.Գ.ԽԱՉԱՏՐՅԱՆ

ԲՐՈՍՄԱՌԻՐԱՏԻ ՓՈԽԱԶԳԵՅՈՒԹՅԱՆ ՈՒՄՈՒՄՆԱՍԻՐՈՒԹՅՈՒՆԸ
ՊԻՐՈՆԻՆ Բ-Ի ՀԵՏ ԾԾՄՐԱԹՎԱՅԻՆ ՄԻՋՎԱՍՅՐՈՒՄ

Ա մ փ ն փ ու մ

Հետազոտվել է ոսկու (III) փոխազդեցությունը օքսիմային շարքի հիմնային ներկանյութ պիրոնին Բ-ի հետ: Հաստատվել են էքստրակցիայի օպտիմալ պայմանները՝ ջրային ֆազի թթվությունը, ներկանյութի կոնցենտրացիան, ոսկու որոշվող կոնցենտրացիան սահմանները, իոնական ասոցիատի բաղադրությունը և այլն: Մեթոդը կիրառվել է ոսկի պայտուհակող կատալիզատորներում ոսկու որոշման համար: