ՀԱՅԿԱԿԱՆ ՔԻՄԻԱԿԱՆ ԱՄՍԱԳԻՐ
АРМЯНСКИЙ ХИМИЧЕСКИЙ ЖУРНАЛ
XXIII, № 5, 1970

НЕОРГАНИЧЕСКАЯ И АНАЛИТИЧЕСКАЯ ХИМИЯ

УДК 535.24+546.681

ЭКСТРАКЦИОННО-ФОТОМЕТРИЧЕСКОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ ГАЛЛИЯ «АКРИДИНОВЫМ ОРАНЖЕВЫМ NO»

В. М. ТАРАЯН, Е. Н. ОВСЕПЯН и А. Н. ПОГОСЯН

Ереванский государственный университет

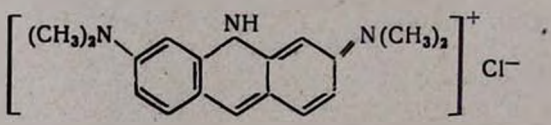
Поступило 3 VII 1969

Исследовано взаимодействие хлоридного аниона галлия с красителем «акридиновый оранжевый NO». Установлены оптимальные условия определения. Определены границы подчиняемости основному закону фотометрии и кажущийся коэффициент мольного светопоглощения хлоргаллата «акридинового оранжевого NO». Методами изомольных серий, прямой линии и сдвига равновесия установлено стехиометрическое отношение компонентов 1:1. Метод проверен на стандартных алюмосиликатных образцах.

Рис. 4, табл. 2, библ. ссылок 7.

Большинство нашедших применение экстракционно-фотометрических методов определения галлия основано на взаимодействии хлоридного аниона галлия с различными красителями трифенилметанового [1], ксантенового [2], тиазинового [3] и оксазинового [4] рядов.

Литературные данные о применении основных акридиновых красителей для экстракционно-фотометрического определения галлия отсутствуют. Данная статья посвящена изучению возможностей применения основного красителя «акридинового оранжевого NO» для экстракционно-фотометрического определения галлия.



Экспериментальная часть

Исходные растворы галлия приготовляли растворением точной навески химически чистого безводного сернокислого галлия марки «х.ч.» в нескольких каплях концентрированной серной кислоты и доведением до соответствующего объема 6 *н* HCl. Раствор красителя готовили растворением навески в воде. В ходе работы использовали запасные $1{,}43 \cdot 10^{-4}$ М растворы галлия и 0,1%-ный раствор красителя. Оптическую плотность измеряли на спектрофотометре СФ-4А.

В качестве экстрагентов применяли различные органические растворители: дихлорэтан, трихлорэтилен, бензол, четыреххлористый углерод, хлороформ, бутилацетат и другие. Наиболее подходящим экстрагентом оказался дихлорэтан. Однако оптическая плотность холостого опыта все же оставалась довольно высокой (0,17). Добавление некоторого количества $TiCl_3$ снижает ее до значения $D = 0{,}07$.

Для выяснения оптимальных условий определения галлия изучены следующие факторы: кислотность водной фазы, концентрация красителя, подчиняемость основному закону фотометрии.

Наибольшая оптическая плотность дихлорэтанового экстракта наблюдается при кислотности водной фазы 6,0—6,7 *н* HCl (рис. 1, кр. 3). В интервале кислотности водной фазы 4—8 *н* по HCl максимум на кривых наблюдается при одной и той же длине волны (505 *нм*), что указывает на постоянство состава образующегося соединения.

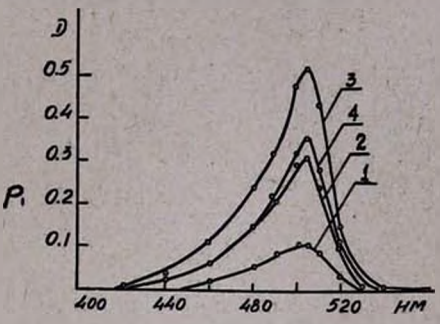


Рис. 1. Кривые светопоглощения хлоргаллата акридинового оранжевого NO ($[GaCl_4^-] = 7{,}15 \cdot 10^{-6}$ М) в зависимости от кислотности: *1* — 4 *н*; *2* — 5 *н*; *3* — 6 *н*; *4* — 7—8 *н* HCl.

Воспроизводимые данные получаются при содержании красителя $2{,}3 \cdot 10^{-4}$ М и двукратной экстракции. Окраска постоянна в течение 3 часов. Прямая пропорциональность между концентрацией галлия в водной фазе и оптической плотностью экстракта сохраняется в пределах 0,1—4,0 *мкг* Ga/*мл* экстракта. Кажущийся коэффициент мольного светопоглощения равен $8 \cdot 10^4$, спектрофотометрическая чувствительность—0,00087 *мкг* Ga/*см*^{2}.

Краситель «акридиновый оранжевый NO» взаимодействует с хлоргаллат-анионом в мольном отношении 1:1. Последнее установлено методом изомольных серий [5], сдвига равновесия [5] и методом прямой линии [6] (рис. 2, 3, 4).

Определение галлия предлагаемым красителем можно провести в присутствии следующих ионов (табл. 1).

Определению галлия исследуемым красителем мешают золото, таллий, железо (III), иттрий, селен и теллур.

Возможность применения «акридинового оранжевого NO» для определения галлия в природных объектах проверена на стандартных образцах алюмосиликатных руд.

Определение галлия в природных образцах. Навеску силиката разлагали сплавлением с безводным карбонатом натрия, затем отделяли таллий от алюминия и железа экстракцией бутилацетатом [2]. Реэкстракцией переводили галлий в водную фазу, которую выпаривали до состояния влажных солей. По добавлении 10 *мл* 6*н* HCl, 0,5 *мл* 15%-ного раствора $TiCl_3$ и 0,7 *мл* 0,1%-ного раствора красителя проводили 2-кратную

экстракцию 5 *мл* дихлорэтана. Время встряхивания—1 минута. Результаты определения приведены в таблице 2.

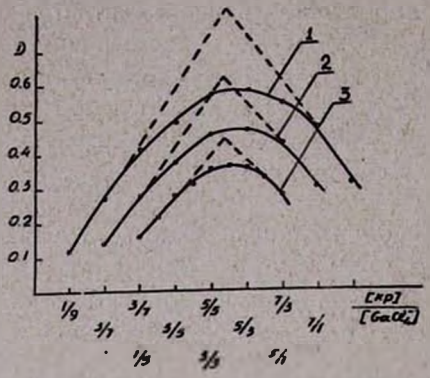


Рис. 2. Определение мольного отношения хлоридного аниона галлия к катиону красителя методом изомольных серий. Суммарные мольности: *1* — $3{,}32\cdot10^{-5}$ М; *2* — $2{,}65\cdot10^{-5}$ М; *3* — $1{,}99\cdot10^{-5}$ М.

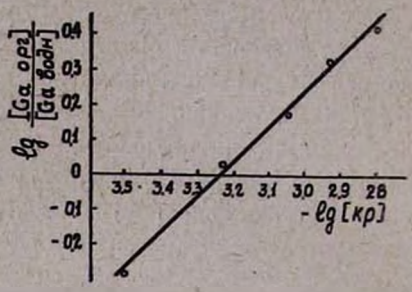


Рис. 3. Логарифмический график зависимости образования соединения галлия (III) от концентрации красителя $[GaCl_4^-] = 7{,}15\cdot10^{-6}$ М.

Таблица 1

Определение галлия в присутствии посторонних ионов

$[GaCl_4^-] = 5{,}72\cdot10^{-6}$ М

Ион	$\frac{[\text{ион}]}{[GaCl_4^-]}$	D_{505}
—	—	0,44*
Sb (V)	716	0,44
Ca	10500	0,43
Mg	17000	0,45
Sc	380	0,42
Jn	410	0,44
Sb (III)	3,6	0,45
Mn (II)	1500	0,43
Al	78	0,43
As (V)	2800	0,43
As (III)	1700	0,43
Zn	1320	0,45
Fe (II)	155	0,46
Ni	150	0,43
Cu	136	0,42
Co	5200	0,44
Be	190	0,45
Ge	23	0,43

* Оптическая плотность экстракта в отсутствии посторонних ионов.

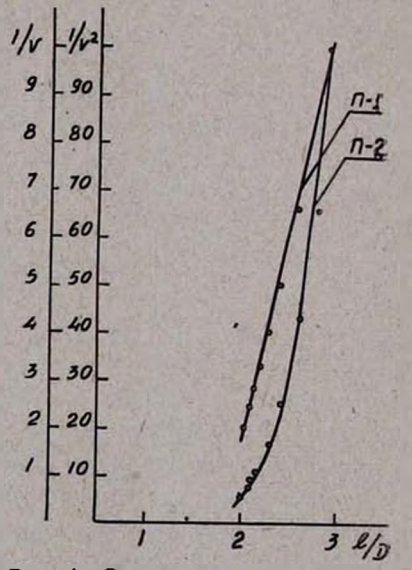


Рис. 4. Определение мольного отношения хлоридного аниона галлия к катиону красителя методом прямой линии. $[GaCl_4^-] = 7{,}15\cdot10^{-6}$ М (при $n=1$ функция прямолинейная).

Таблица 2

Результаты определения галлия в стандартных образцах

Взято, %	Получено, %	Ошибка, %	n	Погрешность $\alpha=0,95$
$2,5\cdot10^{-2}$	$2,46\cdot10^{-2}$	−1,3	5	$2,5\cdot10^{-4}$
$1,0\cdot10^{-2}$	$1,02\cdot10^{-2}$	+2,0	5	$1,3\cdot10^{-4}$
$5,0\cdot10^{-3}$	$5,2\cdot10^{-2}$	+4,0	5	$1,2\cdot10^{-4}$
$2,5\cdot10^{-3}$	$2,6\cdot10^{-3}$	+4,2	5	$6,1\cdot10^{-5}$
$1,1\cdot10^{-3}$	$1,15\cdot10^{-3}$	+4,5	5	$3,0\cdot10^{-5}$
$5,0\cdot10^{-4}$	$5,07\cdot10^{-4}$	+1,5	3	$5,1\cdot10^{-6}$
$2,7\cdot10^{-4}$	$2,64\cdot10^{-4}$	−2,2	3	$4,3\cdot10^{-6}$

ԳԱԼԼԻՈՒՄԻ ԷՔՍՏՐԱԿՑԻՈՆ–ՖՈՏՈՄԵՏՐԻԿ ՈՐՈՇՈՒՄ «ԱԿՐԻԴԻՆԱՅԻՆ ՆԱՐՆՋԱԳՈՒՅՆ NO–Ի» ՄԻՋՈՑՈՎ

Վ. Մ. ԹԱՌԱՅԱՆ, Ե. Ն. ՀՈՎՍԵՓՅԱՆ և Ա. Ն. ՊՈՂՈՍՅԱՆ

Ա մ փ ո փ ո ւ մ

Հետազոտված է գալլիումի քլորիդային անիոնի փոխազդեցությունը «ակրիդինային նարնջագույն NO» ներկանյութի հետ։ Հաստատված են որոշման օպտիմալ պայմանները։ Որոշված են ֆոտոմետրիայի հիմնական սրինքին ենթարկվելու սահմանները և ակրիդինային նարնջագույնի քլորգալլատի լուսակլանման թվացող գործակիցը։ Իզոմոլային սերիաների, ուղիղ գծի և հավասարակշռության տեղաշարժի եղանակներով հաստատված է բաղադրիչների ստեխիոմետրիկ հարաբերությունը՝ 1։1 ։

Մեթոդը ստուգված է ալյումասիլիկատային ստանդարտ նմուշների վրա։

ЛИТЕРАТУРА

1. *В. К. Кузнецова, Н. А. Тананаев*, ЖНХ, 6, 467 (1961).
2. *В. С. Салтыкова, Е. А. Фабрикова*, ЖАХ, 13, 63 (1958).
3. *Хуа Цзюй-Жу*, Хуасюэ тунбао, № 3, 183 (1963).
4. *M. Tsutomu, F. Shunsuke, S. Mikie*, Bull. Chem. Soc. Japan, 38, 327 (1965).
5. *А. К. Бабко*, Физико-химический анализ комплексных соединений в растворах, Киев, 1955, стр. 104, 130.
6. *М. И. Булатов, И. А. Калинкин*, Практическое руководство по фотоколориметрическим и спектрофотометрическим методам анализа, Ленинград, 1968, стр. 187.
7. *Т. В. Черкашина*, Зав. лаб., 22, 3, 276 (1956).