

НЕОРГАНИЧЕСКАЯ И АНАЛИТИЧЕСКАЯ ХИМИЯ

УДК 542.61+543.420 62+546.719

ЭКСТРАКЦИОННО-АБСОРБИОМЕТРИЧЕСКОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ
 РЕНИЯ РОДАМИНОМ 6Ж

В. М. ТАРАЯН и Л. Г. МУШЕГЯН

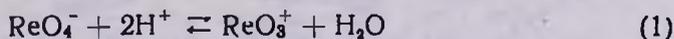
Ереванский государственный университет

Поступило 8 VII 1975

Разработан экстракционно-абсорбиометрический вариант определения рения родамином 6Ж (Р6Ж). Экстракция ионного ассоциата перрената родамина 6Ж осуществляется бутилацетатом из фосфорнокислой среды. Молярный коэффициент погашения $\epsilon = 10^5$. Подчиняемость основному закону фотометрии наблюдается в интервале концентраций рения 1—70 мкг/5 мл, вследствие чего метод можно применять для определения как малых, так и сравнительно больших количеств рения в природных образцах.

Рис. 3, табл. 1, библиограф. ссылки 2.

Известно, что в водных растворах перренатов существует равновесие



Снижением концентрации водородных ионов можно добиться практически полного сдвига равновесия в сторону образования перренат-иона, реакционноспособного по отношению к катионам основных красителей [1]. Одновременно установлена и большая склонность родаминовых красителей к протонированию, что является причиной невозпроизводимости результатов при высокой кислотности исследуемого раствора [2].

В настоящей работе поставлена задача выяснить реакцию по отношению к красителю ксантенового ряда—родамину 6Ж, в слабо-кислой среде с целью разработки экстракционно-абсорбиометрического метода определения рения.

Экспериментальная часть

Были использованы следующие растворы: $5,36 \cdot 10^{-4}$ М раствор перрената натрия, титр которого устанавливали гравиметрически хлоридом тетрафениларсония, 0,1% водный раствор красителя Р6Ж, фосфорная кислота. Измерения оптической плотности исследуемых растворов проводили на спектрофотометре СФ-4А, рН среды измеряли стеклянным электродом на потенциометре ЛПУ-01.

В делительную воронку последовательно приливали растворы перрената, фосфорной кислоты, добавляли раствор Р6Ж, обеспечивая его оптимальную концентрацию в конечном объеме водной фазы (5 мл). Затем экстрагировали 5 мл органического растворителя в течение 1 мин. Оптическую плотность экстрактов перрената Р6Ж измеряли при оптимальной длине волны.

Кислотность водной фазы регулировали фосфорной кислотой, которая известна своим буферирующим свойством.

Из всех испытанных органических растворителей (бензол, трихлорэтилен, этилацетат, бутилацетат, изобутилацетат и их различные смеси) наилучшие результаты были получены при экстракции перрената Р6Ж бутилацетатом. Спектр поглощения бутилацетатного экстракта последнего имеет максимум поглощения при $\lambda = 535$ нм (рис. 1). С повышением кислотности (рН=1 и ниже) оптическая плотность бутилацетатного экстракта перрената Р6Ж снижается, что легко объяснить смещением вышеупомянутого равновесия (1) в сторону образования нереакционноспособного по отношению к катиону красителя реинил-иона ReO_3^+ .

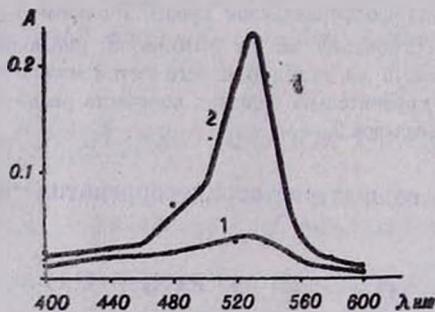


Рис. 1. Спектр поглощения бутилацетатного экстракта перрената Р6Ж:

1 — „холостого“, 2 — перрената Р6Ж. рН=2,65, $[\text{Re}] = 5,57 \cdot 10^{-6}$ г-ион/л, $V_3 = V_0 = 5$ мл, $b = 0,5$ см, $[\text{Р6Ж}] = 4,4 \cdot 10^{-4}$ М/л.

Оптимальные значения рН, при которых наблюдается максимальная оптическая плотность, 1,25—4,25 (рис. 2 а).

Из кривой насыщения (рис. 2 б) видно, что оптимальной концентрацией реагента-красителя можно считать $1,4 \cdot 10^{-4}$ — $7,5 \cdot 10^{-4}$ М/л. Экстракционное равновесие устанавливается за 1 мин. Оптическая плотность бутилацетатных экстрактов ионного ассоциата остается постоянной в течение часа. Методом реэкстракции была определена величина фактора извлечения перрената Р6Ж бутилацетатом [1]. Она оказалась равной 0,87.

Подчиняемость основному закону фотометрии наблюдается в интервале концентраций реиния 1—70 мкг Re/5 мл. На основании данных калибровочного графика рассчитано среднее значение кажущегося мольного коэффициента поглощения ($\bar{\epsilon} = 100.000$).

Методами сдвига равновесия и прямой линии определено соотношение компонентов в экстрагируемом соединении. В обоих случаях подтвердилось соотношение $\text{ReO}_4^- : \text{Р6Ж} = 1:1$ (рис. 3а, б).

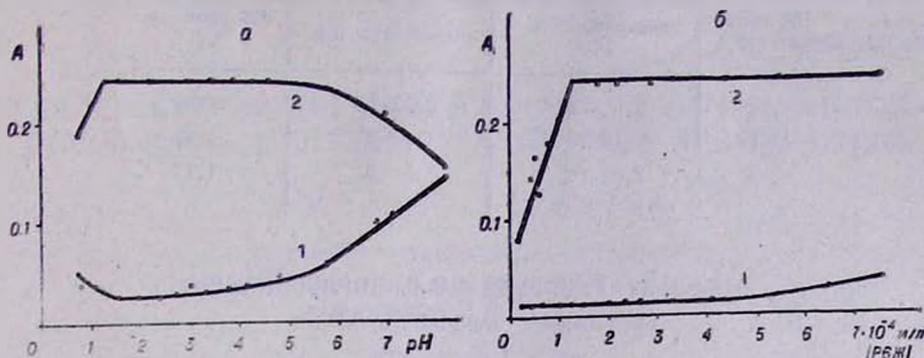


Рис. 2. Зависимость оптической плотности бутилацетатного экстракта перрената Р6Ж (2) и „холостото“ (1) от: а — кислотности водной фазы, б — концентрации красителя.

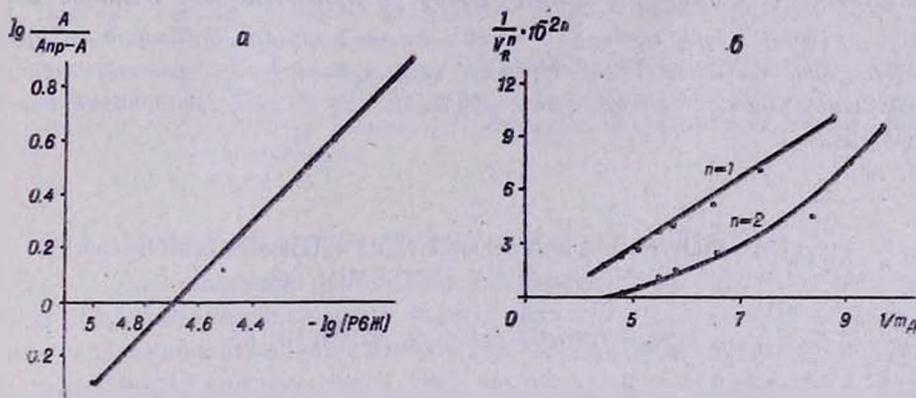


Рис. 3. Определение мольного отношения (n) компонентов в экстрагируемом бутилацетатном соединении: а — методом сдвига равновесия, б — методом прямой линии.

Изучено влияние сопутствующих рению элементов на оптическую плотность экстрактов. Учитывая специфику вскрытия ренийсодержащих проб (предварительное спекание с окисью кальция в окислительной атмосфере, способствующее удалению основной массы мешающих элементов), избирательность экстракции перрената исследовали при наличии в водной фазе молибдена, вольфрама и ванадия. Допустим 10-кратный избыток ванадата, 20-кратный молибдата и 32-кратный вольфрамата, что при применении упомянутого метода вскрытия природных образцов обеспечивает достаточную избирательность определения рения. Метод применен для определения рения в ренийсодержащем сырье. Данные приведены в таблице.

Таблица

Результаты экстракционно-абсорбиметрического определения рения в ренийсодержащих пробах (n=3)

| № пробы | Найдено рения, % | | Относительная ошибка, % |
|---------|----------------------|----------------------|-------------------------|
| | родамином С [2] | родамином 6Ж | |
| 1 | $5,8 \cdot 10^{-4}$ | $5,55 \cdot 10^{-4}$ | 4,31 |
| 2 | $4,16 \cdot 10^{-4}$ | $4,24 \cdot 10^{-4}$ | +1,92 |
| 3 | $2,88 \cdot 10^{-4}$ | $3,0 \cdot 10^{-4}$ | +4,13 |

ՌԵՆԻՈՒՄԻ ԷՔՍՏՐԱԿՑԻՈՆ-ԱԲՍՈՐԲԻՄԵՏՐԻԿ
ՈՐՈՇՈՒՄԸ ՌՈՂԱՄԻՆ 6Ժ-ՈՎ

Վ. Մ. ԹԱՌԱՅԱՆ Ե Ղ. Գ. ՄՈՒՇԵԳՅԱՆ

Մշակված է ռենիումի որոշման էքստրակցիոն-արսուրբցիոմետրիկ եղանակ ուղղամին 6ժ-ով: Առաջացած իոնական ասոցիատի էքստրակցիան իրականացվում է ֆոսֆորաթթվի միջավայրից բուտիլացետատով: Մարման մոլայար գործակցի միջին արժեքը՝ $\bar{\epsilon} = 10^3$: Ֆոտոմետրիայի հիմնական օրենքին ենթարկման սահմանը 1—70 մկգ/5մլ, որից երևում է, որ եղանակը կարելի է կիրառել րենական օրյեկտներում ռենիումի մեծ և փոքր քանակների որոշման համար:

EXTRACTION-ABSORPTIOMETRIC DETERMINATION OF
RHENIUM BY RODAMIN 6G

V. M. TARAYAN and L. G. MUSHEGHIAN

An extraction-absorptiometric method is worked out for the determination of rhenium by rodamin 6G. The extraction of ionic associate is carried out by means of butylacetate from phosphoric acid medium. The molar coefficient of absorption ($\bar{\epsilon}$) is 10^3 . The method may be used for the determination of small as well as large amounts of the rhenium.

Л И Т Е Р А Т У Р А

- 1 Блюм И. А., Экстракционно-фотометрические методы анализа, Изд. «Наука», М., 1970, стр. 150, 34.
- 2 Тараян В. М., Лебедева С. П., Экстракционно-абсорбиметрическое определение рения родамином С, ЖАХ, 30, 1403 (1975).