

ЭКСТРАКЦИОННО-АБСОРБЦИОМЕТРИЧЕСКОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ ЗОЛОТА АКРИДИНОВЫМ ЖЕЛТЫМ

В. М. ТАРАЯН и Дж. А. МИКАЕЛЯН

Ереванский государственный университет
 Институт общей и неорганической химии АН Армянской ССР, Ереван

Поступило 19 VII 1980

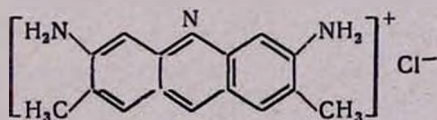
Разработан экстракционно-абсорбциометрический метод определения 0,03—3,33 мкг Au/мл основным красителем—акридиновым желтым. Экстрагент: смесь дихлорэтана с этилацетатом (8:2). Оптимальная кислотность: pH 1,0—3,4. Среднее значение кажущегося молярного коэффициента светопоглощения $\bar{\epsilon} = 6 \cdot 10^4$. Отношение хлораурат-аниона к катиону красителя (1:1) установлено методом сдвига равновесия и прямой линией Асмуса. Метод апробирован на золотосодержащих рудах.

Рис. 3, табл. 2, библиограф. ссылок 9.

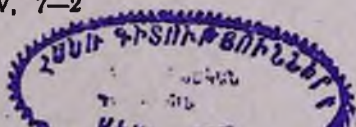
Основные красители акридинового ряда были использованы для экстракционно-абсорбциометрического определения микрограммовых количеств различных элементов (рений, галлия, таллия, тантала), [1—6].

Для определения микрограммовых количеств золота из акридиновых красителей были использованы акридиновый оранжевый [7] и акрифлавин [8].

Данная работа посвящена сравнительному исследованию в качестве реагента на золото (III) представителя акридинового ряда—акридинового желтого (АЖ).



Раствор красителя готовили растворением определенной навески его препарата в воде, а раствор золота (III)—растворением золотохлористоводородной кислоты в растворе соляной кислоты (pH 1,0). Концентрацию полученного раствора золота (III) устанавливали меркуро-редуктометрически с потенциометрической индикацией конечной точки титрования [9]. Оптическую плотность исследуемых растворов измеряли спектрометром СФ 4А, а равновесное значение—pH-потенциометром pH-121. Кислотность водной фазы регулировали добавлением соляной



кислоты. Для извлечения ионного ассоциата были испробованы органические растворители различного класса и их бинарные смеси.

Полученные результаты приводятся в табл. 1.

Таблица 1

Зависимость оптической плотности экстрактов хлораурата АЖ и АЖ от природы экстрагента: $[Au] = 5,06 \cdot 10^{-5}$ М, $[АЖ] = 1,6 \cdot 10^{-4}$ М, рН 1,0, $b = 0,5$ см

Растворитель	Оптическая плотность экстрактов		
	$A_{\text{дифф}}$	$A_{\text{хол}}/\text{раств.}$	$A_{\text{соед}}/\text{раств.}$
Бензол	0,003	0,013	0,016
Толуол	0,015	0,013	0,028
Ксилол	0,013	0,012	0,025
Дихлорэтан	0,125	0,015	0,140
Бутилацетат	0,064	0,013	0,077
Изоамилацетат	0,078	0,011	0,089
Амилацетат	0,045	0,006	0,051
Этилацетат	0,107	0,093	0,200
Четыреххлористый углерод	0,000	0,004	0,004
Бензол + этилацетат (1:1)	0,085	0,004	0,089
Дихлорэтан + этилацетат (8:2)	0,150	0,035	0,185
Дихлорэтан + бензол + этилацетат (2:1:1)	0,115	0,010	0,125

Наиболее подходящим экстрагентом оказалась смесь дихлорэтана с этилацетатом (8:2)

Спектры поглощения экстрактов образующегося ионного ассоциата и самого красителя приведены на рис. 1. Максимум светопоглощения экстрактов хлораурата акридинового желтого наблюдается при длине волны 455 нм. Серия опытов была посвящена выяснению оптимальной кислотности водной фазы (в интервале рН 4,2—5,0 и HCl, рис. 2).

На основании полученных данных за оптимальную была принята кислотность, равная рН 1,0—3,4. Дальнейшие исследования проведены при рН 1,0. Для обеспечения максимальных значений оптической плотности исследуемых экстрактов необходимы $2,50 \cdot 10^{-5}$ — $8,0 \cdot 10^{-5}$ М концентрации реагента-красителя в конечном объеме водной фазы. Образующийся ионный ассоциат практически количественно извлекается однократной экстракцией ($R=0,94$) при 1-минутном встряхивании. Оптическая плотность экстрактов остается постоянной в течение 48 ч. Коэффициент молярного погашения равен 60000. Отношение хлораурат-аниона к катиону красителя в образующемся соединении, установленное методом сдвига равновесия (рис. 3), оказалось равным 1:1. Аналогичные результаты были получены методом прямой линии Асмуса. Подчиняемость интенсивности окраски исследуемых экстрактов основному закону фотометрии наблюдается до концентрации Au(III) $3,33 \text{ мкг Au/мл}$ ($Sr=0,005$). Нижний предел (C_n) определения золота, установленный на

основании результатов девяти параллельных опытов определения различных количеств золота, равен $0,03 \text{ мкг Au/мл}$ ($S_g=0,13$). В оптимальных условиях образования исследуемого ионного ассоциата изучено влияние посторонних и сопутствующих ионов на результаты определения золота. Определению 1 мкг/мл концентрации Au (III) не мешают 10^5 -кратные количества Ca и Cu, 10^4 -кратные Ni, Fe (III), Cd, Al, Zn и NO_3^- , 10^3 -кратные Co, Se (IV), Te (IV) и $4 \cdot 10^2$ -кратные количества Ir (III), Pt (IV), Rh (III). Мешают палладий (II), сурьма (V), ртуть (II), таллий (III). При анализе проб, содержащих эти элементы, необходимо проводить предварительное выделение золота известными методами.

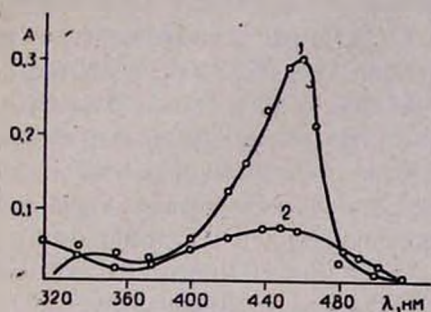


Рис. 1. Спектры поглощения экстрактов хлораурата АЖ (1) и АЖ (2). $[\text{Au (III)}] = 5,06 \cdot 10^{-6} \text{ М}$, $[\text{АЖ}] = 1,6 \cdot 10^{-4} \text{ М}$, $\text{pH } 1,0$, $b = 1,0 \text{ см}$.

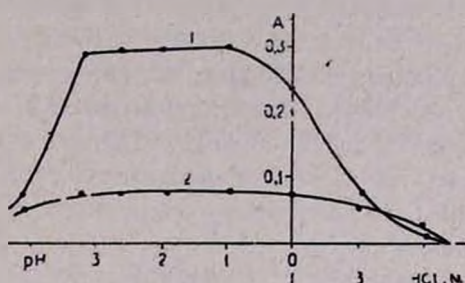


Рис. 2. Зависимость оптической плотности экстрактов хлораурата АЖ (1) и АЖ (2) от кислотности водной фазы. $[\text{Au (III)}] = 5,06 \cdot 10^{-6} \text{ М}$, $[\text{АЖ}] = 1,6 \cdot 10^{-4} \text{ М}$, $b = 1,0 \text{ см}$.

На основании полученных данных разработан экстракционно-абсорбиметрический метод определения золота в золотоносных рудах.

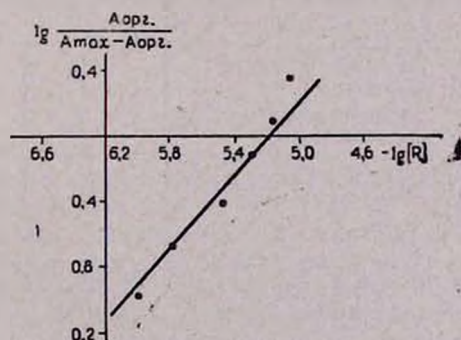


Рис. 3. Логарифмический график зависимости образования хлораурата АЖ от концентрации реагента АЖ. $[\text{Au (III)}] = 5,0 \cdot 10^{-6} \text{ М}$, $[\text{АЖ}] = 8 \cdot 10^{-5} \text{ М}$, $\text{pH } 1,0$, $b = 1,0 \text{ см}$.

Ход анализа. Навеску $0,2 - 1,0 \text{ г}$ хорошо растертой руды заливают в конической колбе (емкость 250 мл) 20 мл смеси соляной и азотной кис-

лот (3 : 1). После прекращения бурной реакции помещают на водяную баню, перемешивая время от времени, и упаривают до минимального объема (3—5 мл). В случае необходимости для полноты разложения добавляют новую, сравнительно небольшую порцию смеси соляной и азотной кислоты. Выпаривают до влажных солей, приливают 3—5 мл соляной кислоты, 20—30 мл горячей воды, отфильтровывают и промывают горячей водой. К полученному раствору объемом не более 50—60 мл прибавляют 0,14—0,15 мг теллура, 4—5 мл соляной кислоты, нагревают до кипения, добавляют небольшое количество фильтробумажной массы, 15 мл 10% раствора солянокислого гидразина и 5—10 мл 10% раствора SnCl_2 в соляной кислоте (1 : 9). Выдерживают на бане 10—15 мин и отфильтровывают осадок через 3—4 ч или же на следующий день. Осадок промывают горячей соляной кислотой (1 : 20), растворяют на фильтре 6—7 мл горячей соляной кислоты, содержащей несколько капель азотной, приливая ее небольшими порциями и собирая фильтрат в стакан емкостью 100 мл. Фильтр промывают 2—3 раза горячей водой, фильтрат упаривают досуха на водяной бане в присутствии 10 капель 20% NaCl и проводят 2—3 раза денитрацию соляной кислотой (1 : 1). Остаток переносят 10 мл соляной кислоты в делительную воронку, создавая оптимальные условия кислотности и концентрации красителя. Экстрагируют 10 мл смеси дихлорэтана с этилацетатом (8 : 2) и измеряют светопоглощение полученного экстракта при 455 нм. Одновременно проводят «холостой» опыт. Содержание золота определяют по предварительно снятому градуировочному графику, полученному для 0,03—3,33 мкг $\text{Au}/\text{мл}$ концентраций стандартного водного раствора хлораурата (III).

Результаты определения золота в руде приведены в табл. 2.

Таблица 2

Результаты экстракционно-абсорбциометрического определения
золота АЖ в золотосодержащих рудах
($\alpha=0,95$, $n=6$, $m_1=1,0$)

Найдено Au , г/т пробирным методом	$C\bar{x}$, г/т разработанным методом	S	S_r	$C\bar{x} \pm \sigma$
68,3	69,9	4,22	0,06	$70 \pm 4,0$

Приемлемые результаты ($S_r \leq 0,08$) получены и при апробировании разработанной методики на пробах руд с меньшим содержанием золота (38,1 и 7,6 г $\text{Au}/\text{т}$), любезно предоставленных нам Центральной аналитической лабораторией геологического управления Арм.ССР.

Таким образом, при сопоставлении вышеописанного метода определения микрограммовых количеств золота с ранее разработанными методами экстракционно-абсорбциометрического определения его основными красителями—акридиновым оранжевым и акрифлавином [7, 8], видно, что акрифлавин превосходит акридиновый желтый и акридиновый

оранжевый своей чувствительностью, а акридиновый желтый—и своей избирательностью по отношению к ионам кальция, алюминия, меди и цинка.

ՈՍԿՈՒ ԷԲՍՏՐԱԿՑԻՈՆ—ԱՐՍՈՐՔՑԻՈՄԵՏՐԻԿ ՈՐՈՇՈՒՄՆ ԱԿՐԻԴԻՆԱՅԻՆ ԴԵՂԻՆՈՎ

Վ. Մ. ԹԱՌԱՅԱՆ և Ջ. Ա. ՄԻԿԱՅԵԼԻԱՆ

Մշակված է ոսկու միկրոգրամային քանակների էքստրակցիոն-ար-սորքցիոմետրիկ եղանակ ակրիդինային շարքի ներկանյութ—ակրիդինային դեղինով՝ էքստրագենտը դիքլորէթանի և էթիլացետատի (8:2) խառնուրդն է: Օպտիմալ թթվությունն է՝ pH 1,0—3,4 լուսակլանման մարման մոլյար գործակցի միջին արժեքն է $\varepsilon = 6 \cdot 10^4$: Քլորաուրատ-անիոնը հարաբերում է ներկանյութի կատիոնին այնպես, ինչպես (1:1), որը հաստատվել է հավասարակշռության տեղաշարժի և Ասմուսի ուղիղ գծի եղանակով: Մեթոդը կիրառվել է ոսկի պարունակող հանքերի վրա:

EXTRACTIVE-ABSORPTIMETRIC DETERMINATION OF GOLD WITH ACRIDINE YELLOW

V. M. TARAYAN and G. A. MIKAELIAN

Acridine yellow has been used for the determination of gold in microgramme amounts. An extractive-absorptimetric method has been developed for the determination of AuCl_4^- -ions. A mixture of dichloroethane and ethylacetate (8:2) was used as the extractant. The method displays a high selectivity and is used for determining gold in natural samples.

Л И Т Е Р А Т У Р А

1. В. М. Тараян, Е. Н. Овсепян, А. Н. Погосян, Арм. хим. ж., 23, 410 (1970).
2. В. М. Тараян; А. Г. Гайбакян, Арм. хим. ж., 23, 895 (1970).
3. В. М. Тараян, Е. Н. Овсепян, С. Р. Бархударян, Уч. зап. ЕГУ, 2, 32 (1970).
4. В. М. Тараян, Е. Н. Овсепян, В. Ж. Арцруни, Арм. хим. ж., 25, 819 (1972).
5. В. М. Тараян, А. Г. Гайбакян, Арм. хим. ж., 26, 812 (1973).
6. В. М. Тараян, В. Ж. Арцруни, Арм. хим. ж., 27, 106, (1974).
7. Дж. А. Микаелян, Л. А. Мехалян, Мол. науч. раб., Изд. ЕГУ, 16, 79 (1972).
8. В. М. Тараян, Дж. А. Микаелян, Уч. зап. ЕГУ, 3 (145), 90 (1980).
9. В. М. Тараян, Е. Н. Овсепян, Зав. лаб., 18, 1066 (1952).