

ЛИТЕРАТУРА

1. Гайбалян А. Г., Григорян С. К., Хачатрян А. Г. — Уч. зап. ЕГУ, 1987, № 3, с. 160.
2. Альберт А., Серёженко Е. — Константы ионизации кислот и оснований. Л.—М., Химия, 1964, 173 с.
3. Гайбалян А. Г., Асатрян С. Л. — Укр. хим. ж., 1982, т. 48, № 2, с. 176.

Армянский химический журнал, т. 42, № 3, стр. 173—176 (1989 г.)

УДК 543.4+546.766+543.31

ЭКСТРАКЦИОННО-ФЛУОРИМЕТРИЧЕСКОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ ХРОМА ПИРОНИНОМ Ж В ПРОМСТОКАХ

Ж. М. АРСТАМЯН, Л. А. ГРИГОРЯН и К. В. АСАТРЯН

Ереванский государственный университет

Поступило 11 VI 1988

Исследована флуоресцентная реакция хрома (VI) с красителем ксантенового ряда пиронином Ж. Установлены оптимальные условия экстракции образующегося ионного ассоциата смесью дихлорэтана с толуолом в соотношении 2 : 1. Разработанная методика применена для определения хрома в промстоках и отличается высокой чувствительностью.

Рис. 1, табл. 2, библиографические ссылки 5.

Одной из наиболее важных характеристик качества воды является концентрация ионов токсичных металлов (в частности, хрома), поскольку они не поддаются биоразложению и накапливаются в окружающей среде. Требуется разработка чувствительных аналитических методов контроля не только сточных, но и очищенных промышленных вод. Экстракционно-флуориметрические методы определения элементов отличаются высокой чувствительностью. Данные о флуориметрическом определении хрома в литературе почти отсутствуют [5].

Для определения микрограммовых количеств хрома в промстоках ранее нами были разработаны экстракционно-фотометрические методы с применением основных красителей трифенилметанового ряда [1—3]. Наиболее чувствительным оказался бриллиантовый зеленый ($\epsilon = 1,01 \cdot 10^5$). Нижняя граница определяемых содержаний ($C_{\min 0,95}$) равна 0,0432 мкг/мл.

Настоящая работа посвящена изучению флуоресцентной реакции хрома (VI) с пиронином Ж (ПЖ).

Экспериментальная часть

Стандартный раствор хрома (VI) готовили растворением в воде точной навески $K_2Cr_2O_7$ (высушенного при 140°). Рабочие растворы получали разбавлением запасного раствора водой. Навеску красителя (С. I. 161280) растворяли в воде. Спектры поглощения экстрактов снимали на спектрофотометре СФ-4А, а спектры флуоресценции — на спектрофлуориметре «Перкин-Элмер МРФ-43»; рН водной фазы измеряли с помощью лампового потенциометра ЛПУ-01. Интенсивность флуорес-

ценции экстрактов измеряли на приборе, собранном по зидонизмененной схеме флуориметра ФО-1 [4]. В качестве скреживающих светофильтров применяли цветные стекла: первичный СЗС-21+СЗС-22 и вторичный ОС-13+ОС-14. Максимум поглощения экстрактов ионного ассоциата хрома (VI) с ПЖ наблюдается при 555, а флуоресценции—при 585 м.м.

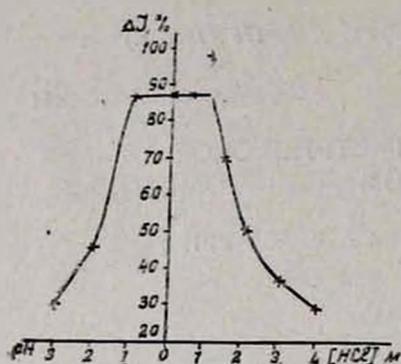


Рис. Зависимость интенсивности флуоресценции ионного ассоциата хрома (VI) с ПЖ от концентрации HCl в водной фазе $V_1 = V_0 = 7$ мл, $[Cr(VI)] = 5,49 \cdot 10^{-6}$ М.

Для выбора оптимального экстрагента испытаны различные органические растворители, а также их бинарные смеси. Критерием служило отношение значений дифференциальной флуоресценции (ΔI) к флуоресценции (I_0) холодного экстракта. Максимальное извлечение ионного ассоциата и относительно небольшое извлечение простой соли ПЖ наблюдается при применении смеси (2:1) 1,2-дихлорэтана с толуолом (табл. 1). Оптимальная кислотность водной фазы составляет pH 1—1,0 М HCl (рис.), а концентрация красителя— $\geq 6,94 \cdot 10^{-6}$ М. Методом повторного экстрагирования определен фактор извлечения ($R = 0,97$). Экстракционное равновесие создается в течение 1 мин. Интенсивность флуоресценции экстрактов остается постоянной в течение 4 дней. Прямолинейность градуировочного графика сохраняется в области содержания хрома 0,14—1,4 мкг/мл. Рассчитанная по ЗС-критерию нижняя граница определяемых содержаний ($C_{min} 0,95$) равна 0,013 мкг/мл. Исследовано влияние различных ионов на экстракцию хрома. Определению 1 мкг хрома не мешают: $2,44 \cdot 10^4$ -кратные количества ионов Al, Co; $1,12 \cdot 10^1$ -кратные Ni, Zn; $1,2 \cdot 10^3$ -кратные Mn; $7,4 \cdot 10^1$ -кратные Sr, Mg; $1,85 \cdot 10^1$ -кратные Ce^{3+} ; $2 \cdot 10^2$ -кратные Cu, W; 12-кратные Sn; 4-кратные Hg (II), мешают: Fe (III), Tl (III), Au (III).

Проведенные исследования позволили разработать методику определения малых количеств хрома, которая была применена для определения хрома (VI) в сточных водах гальванического производства.

Ход определения. Пробу воды (50 мл) упаривают досуха, остаток растворяют в pH 1 HCl, раствор переносят в мерную колбу емкостью 100 мл, доливают до метки pH 1 HCl*. В делительной воронке к

* При наличии мешающих ионов к пробе воды добавляют 300 мг железа (III), 0,5 г NH_4Cl , раствор нагревают до 70—80°, приливают по каплям NH_4OH до слабого запаха аммиака, фильтруют, осадок промывают горячей водой. Фильтрат переносят в фарфоровую чашку, упаривают досуха и далее продолжают анализ по вышеописанной методике.

аликвотной части раствора добавляют рН 1 HCl, до конечного объема водной фазы 4,5 мл, приливают 0,5 мл 0,05% раствора ПЖ, 7 мл смеси дихлорэтана с толуолом (2:1), встряхивают 1 мин, органическую фазу отделяют и измеряют интенсивность флуоресценции. Содержание хрома находят по градуировочному графику или методом добавок. Результаты приведены в табл. 2.

Таблица 1

Зависимость интенсивности флуоресценции экстрактов
ионного ассоциата хрома (VI) с ПЖ от природы экстрагента.
([Cr(VI)] = $5,49 \cdot 10^{-6}$ М, [ПЖ] = $1,1 \cdot 10^{-4}$ М, рН 1 HCl)

Экстрагент	ΔI отн. ед.	$\Delta I/I_0$
Дихлорэтан	23	0,16
Хлороформ	17	0,18
Трихлорэтилен	0	0
Четыреххлористый углерод	0	0
Бензол	0	0
Толуол	0	0
Этилацетат	0	0
Бутилацетат	0	0
Изоамилацетат	0	0
Дихлорэтан : толуол 1:1	2	0,50
2:1	16	0,94
3:1	28	0,83
4:1	31	0,79
Дихлорэтан : Бензол, 1:1	6	0,43
2:1	15	0,50

Таблица 2

Правильность результатов анализа
Проверка методом добавок ($P=0,95$, $n=7$)

Хром, мкг		ΔC_x	Sr · 10 ⁻²	$t_{\alpha} \cdot \frac{S}{\sqrt{n}}$, мкг
введено	найдено			
—	2,19	—	1,02	0,020
2,0	4,10	1,91	-1,92	0,035
2,0	4,14	1,95	-1,90	0,035
2,0	4,24	2,05	1,79	0,037

Ուսումնասիրված է ջրումի (VI) և քսանտենային շարքի ներկանյութ պիրոնին ժ-ի ֆլուորեսցենտային ռեակցիան:

Առաջացած իոնական ասոցիատը լուծահանվում է դիքլորէթանի և տոլուոլի (2:1) խառնուրդով: Հաստատված են ջրումի լուծահանման օպտիմալ պայմանները՝ շրային ֆազի թթվությունը, ներկանյութի, ջրումի կոնցենտրացիան, լուծահանման ընտրողականությունը և այլն: Մեթոդը կիրառվել է գալվանական արտադրության կեղտաջրերում ջրումի միկրոգրամային քանակները որոշման համար:

EXTRACTION-FLUORIMETRIC DETERMINATION OF CHROMIUM BY PYRONINE G IN WASTE WATERS

Zh. M. ARSTAMIAN, L. H. GRIGORIAN and K. V. ASSATRIAN

A fluorescence caused by the reaction of chromium (VI) with pyronine G has been investigated. It has been shown that ion associate could be extracted by the mixture of dichloroethane-toluene (2:1). The process could be used as a very sensitive method for determination of chromium in waster waters.

Л И Т Е Р А Т У Р А

1. Арстамян Ж. М., Акопян С. В. — Сб. Химия и химическая технология. ЕГУ, 1983, вып. 2, с. 64.
2. Арстамян Ж. М. — Уч. зап. ЕГУ, 1985, № 1, (158), с. 86.
3. Арстамян Ж. М. — Уч. зап. ЕГУ, 1986, № 1 (161), с. 101.
4. Щербов Д. П., Плотникова Р. Н., Капительный М. А. — Зав. лаб., 1966, т. 32, № 4, с. 485.
5. Лаврухина А. К., Юкина Л. В. — Аналитическая химия хрома. М., Наука, 1970.

Армянский химический журнал, т 42, № 3, стр. 176—187 (1989г.)

ОРГАНИЧЕСКАЯ ХИМИЯ

УДК 547.841

НОВОЕ В ХИМИИ 1,4-БЕНЗОДИОКСАНА

С. О. ВАРТАНЯН, А. С. АВАКЯН и Э. А. МАРКАРЯН

Институт тонкой органической химии им. А. Л. Миджояна
АН Армянской ССР, Ереван

Поступило 17 VII 1987

Производные 1,4-бензодиоксановой гетероциклической системы в настоящее время представляют собой широко известную, сравнительно хорошо изученную и весьма перспективную группу соединений. Интерес к этим соединениям обусловлен не только их биологическими свойствами