

ЭКСТРАКЦИОННО-ФЛУОРИМЕТРИЧЕСКОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ МИКРОГРАММОВЫХ КОЛИЧЕСТВ УРАНА

МУНЕИР АБДЕЛЬ ФАТТАХ, Е. Н. ОВСЕПЯН и А. Г. ХАЧАТРЯН

Ереванский государственный университет

Поступило 10 IV 1989

Изучено взаимодействие основного красителя акридинового ряда акрифлавина с уранилбензоатным ацидокомплексом. Определены оптимальные условия образования и экстракции полного ассоциата, сбразующегося в системе. В качестве экстрагента предложен дихлорэтан. Разработан метод экстракционно-флуориметрического определения микроколичеств урана в фосфатных рудах.

Рис. 2, библиографические ссылки 4.

Акридиновые красители являются хорошими реагентами для флуориметрического определения микроколичеств различных элементов [1—4]. Для флуориметрического определения урана акридиновые красители до настоящего времени не применялись.

Настоящая работа посвящена разработке экстракционно-флуориметрического метода определения малых количеств урана основным красителем акридинового ряда акрифлавином.

Экспериментальная часть и обсуждение результатов

Растворы акридинового красителя акрифлавина и бензоата натрия готовили путем растворения точных навесок препаратов квалификации «ч.д.а.» в дистиллированной воде, растворы урана (VI)—растворением уранилнитрата производства «Johnson Matthey» (США).

Равновесные значения рН водных фаз контролировали рН-метром—милливольтметром рН-121 со стеклянным электродом. Спектры и интенсивность флуоресценции измеряли на спектрофлуориметре «MPF-43» фирмы «Перкин-Эльмер».

С целью выбора подходящего реагента были испробованы различные органические растворители: бензол и его гомологи, алкилацетаты, хлорзамещенные углеводороды и их смеси. Наиболее эффективным экстрагентом, обеспечивающим максимальные значения дифференциальной интенсивности флуоресценции экстрактов уранилбензоата акрифлавина и минимальные значения фоновой флуоресценции, оказался дихлорэтан. Соотношение объемов водной и органической фаз от 3:1 до 1:1.

Максимумы на спектрах возбуждения и флуоресценции дихлорэтановых экстрактов соединения, представляющего ионный ассоциат, наблюдаются при 460 и 490 нм, соответственно (рис. 1).

Изучена зависимость интенсивности флуоресценции органических экстрактов от кислотности водной фазы в интервале рН 2,0—7,0. При более высокой кислотности водной фазы флуоресценция экстрактов не наблюдается. В интервале рН 5,3—5,8 обеспечиваются максималь-

ные и постоянные значения интенсивности флуоресценции; в области рН выше 5,8 замечается уменьшение интенсивности флуоресценции дихлорэтановых экстрактов (рис. 2).

Для образования и экстракции, а также для обеспечения максимальных значений флуоресценции экстрактов уранилбензоата акрифлавина оптимальными являются концентрация бензоата натрия в интервале $(4,9-6,3) \cdot 10^{-3}$ М и концентрация акрифлавина $(1,1-2,2) \cdot 10^{-4}$ М. При более высоких концентрациях красителя наблюдается уменьшение интенсивности флуоресценции.

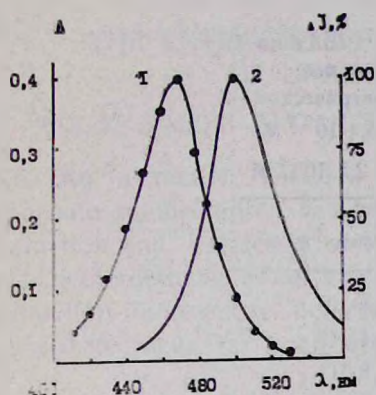


Рис. 1. Спектры поглощения (1) и флуоресценции (2) дихлорэтановых экстрактов уранилбензоата акрифлавина.

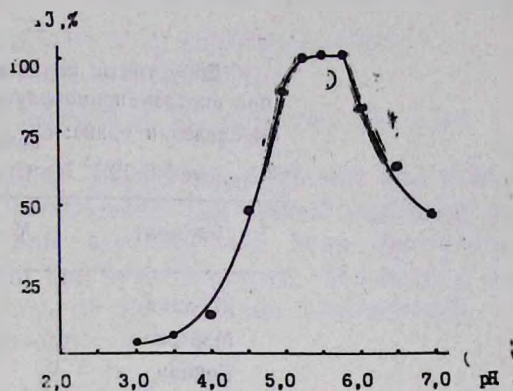


Рис. 2. Зависимость интенсивности флуоресценции дихлорэтановых экстрактов уранилбензоата акрифлавина от кислотности водной фазы: $C_{\text{урана}} = 5,4 \cdot 10^{-5}$ моль/л; $C_{\text{АФ}} = 2,2 \cdot 10^{-4}$ моль/л.

При оптимальных условиях экстракции и образования уранилбензоата акрифлавина изучена зависимость интенсивности флуоресценции дихлорэтановых экстрактов от концентрации урана в водной фазе. Линейная зависимость наблюдается в интервале концентраций урана 0,08 ($s_r = 0,11$)—1,2 мкг/мл ($s_r = 0,06$). В области концентраций урана выше 1,2 мкг/мл наблюдается концентрационное тушение флуоресценции.

Изучено также влияние посторонних ионов на экстракцию ионно-го ассоциата уранилбензоата акрифлавина дихлорэтаном (табл. 1).

На основании полученных данных разработана методика экстракционно-флуориметрического определения урана в фосфатных рудах.

Выполнение определения. Навеску тонкоизмельченной фосфатной руды массой 0,5 г переносят в химический стакан вместимостью 100 мл, смачивают дистиллированной водой, добавляют 10 мл конц. азотной кислоты, 2 мл конц. соляной кислоты и нагревают на водяной бане почти досуха, добавляют 10 мл воды и вновь выпаривают. Указанную операцию повторяют дважды. В последний раз выпаривают почти досуха, прибавляют дистиллированной воды и после полного растворения солей переносят раствор в мерную колбу вместимостью 250 мл и доводят объем до метки дистиллированной водой.

Аликвотную часть раствора (3,0 мл) переносят в делительную воронку, добавляют 2 мл 0,01 N серной кислоты, 2 мл 0,2% раствора бензоата натрия, 0,5 мл 0,05% раствора акрифлавина, добавляют 5 мл дихлорэтана, встряхивают в течение 2 мин и отделяют органическую фазу. Интенсивность флуоресценции дихлорэтановых экстрактов измеряют на спектрофлуориметре при длине волны 490 нм. «Холостой» экстракт получают при соответствующей обработке образца фосфатной руды, не содержащей урана. Содержание урана в анализируемом образце фосфатной руды рассчитывают по градуировочному графику или по методу добавок.

Таблица 1

Допустимые количества ионов
при экстракционно-флуориметрическом
определении урана: $C_{\text{урана}} = 5,4 \cdot 10^{-5}$ М;
 $C_{\text{бенз.}} = 5,6 \cdot 10^{-3}$ М; $C_{\text{АФ}} = 2,2 \cdot 10^{-4}$ М

Элемент	$K = C_{\text{элемент}}/C_{\text{урана}}$
Кобальт	$1,8 \cdot 10^4$
Марганец	$7,4 \cdot 10^3$
Свинец	$2,8 \cdot 10^3$
Кадмий	$2,2 \cdot 10^3$
Цинк	$4,6 \cdot 10^3$
Железо	$6,0 \cdot 10^4$
Никель	$3,5 \cdot 10^4$
Церий	$1,0 \cdot 10^3$
Нитраты	$1,1 \cdot 10^4$
Ацетаты	$1,1 \cdot 10^4$

Таблица 2

Проверка правильности результатов, получаемых по предлагаемой методике

Стандартный образец	Содержание урана, %	Навеска пробы, г	n	Sr, %	$C \pm \delta$ ($P=0,95$)
USGS № 120-а Национального бюро стандартов США	$4,8 \cdot 10^{-3}$	0,5	6	0,06	$(4,80 \pm 0,29) \cdot 10^{-3}$

Проверка правильности разработанной методики экстракционно-флуориметрического определения урана проведена на стандартной фосфатной урансодержащей руде (стандарт USGS 120-а Национального бюро стандартов США), с содержанием урана $4,8 \cdot 10^{-3}$ масс.%. Результаты приведены в табл. 2 и демонстрируют достаточную надежность разработанной методики.

Ուսումնասիրվել է ալրիդինային շարքի ներկանյութ՝ ալրիֆլավինի փոխազդեցությունը ուրանիլընդոատային ալրիդոմպլեքսի հետ: Հաստատվել են համակարգում գոյացող իոնական ասոցիատի գոյացման և լուծահանման օպտիմալ պայմանները: Որպես լուծահանիչ առաջարկվել է դիթիրեթանը: Մշակվել է ֆոսֆատային հանքերում ուրանի միկրոքանակների որոշման էքստրակցիոն-ֆլյուորաչափական եղանակ:

THE EXTRACTION-FLUOROMETRIC DETERMINATION OF URANIUM MICROQUANTITIES

MOUNEIR ABDEL FATTAH, E. N. HOVSEPIAN and H. G. KHACHATRIAN

An interaction between acridinic basic dye acriflavine and uranyl benzoate acidocomplex has been investigated. The optimal conditions for formation and extraction of the ionic associate have been determined. 1,2-Dichloroethane as an extractant has been proposed. The method for extraction-fluorometric determination of the uranium microamounts in phosphate rocks has been worked out.

Л И Т Е Р А Т У Р А

1. Григорян Л. А., Микаелян Дж. А., Тараян В. М. — Арм. хим. ж., 1980, т. 33, № 7, с. 545.
2. Микаелян Дж. А., Григорян Л. А., Тараян В. М. — Арм. хим. ж., 1983, т. 36, № 11, с. 697.
3. Микаелян Дж. А., Хачатрян А. Г. — Уч. зап. ЕГУ, 1987, № 3, с. 157.
4. Микаелян Дж. А., Григорян Л. А., Овсепян Е. Н. — Зав. лаб., 1987, т. 53, № 3, с. 14.

Армянский химический журнал, т. 43, № 2, стр. 107—112 (1990 г.)

ОРГАНИЧЕСКАЯ ХИМИЯ

УДК 547.853.5.07

СИНТЕЗ И ПРЕВРАЩЕНИЯ ПОЛИЭДРИЧЕСКИХ СОЕДИНЕНИЙ

ХІ. СИНТЕЗ И ПРОТИВООПУХОЛЕВАЯ АКТИВНОСТЬ НОВЫХ ПРОИЗВОДНЫХ 3,7-ДИАЗА- и 1,3,7-ТРИАЗАБИЦИКЛО/3.3.1/-НОНАНОВ

Г. Г. МИНАСЯН, Г. С. СААКЯН, Ц. Е. АГАДЖАНЫН,
А. А. ЧАЧОЯН и Б. Т. ГАРИБДЖАНЫН

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

Поступило 19 VII 1988

С целью изучения противоопухолевых свойств синтезирован ряд новых производных 3,7-диаза- и 1,3,7-триазабицикло/3.3.1/-нонанов, содержащих как одинаковые, так и разные заместители в положениях 3 и 7.

Табл. 1, библи. ссылок 6.