

## ЭКСТРАКЦИОННО-ФЛУОРИМЕТРИЧЕСКОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ МИКРОГРАММОВЫХ КОЛИЧЕСТВ ЗОЛОТА АКРИФЛАВИНОМ

Дж. А. МИКАЕЛЯН и А. Г. ХАЧАТРЯН

Ереванский государственный университет

Поступило 20 X 1989

Для экстракционно-флуориметрического определения микрограммовых количеств золота предложен основной краситель акрифлавин в сернокислой среде. Оптимальные условия экстракции бромоаурата акрифлавина: рН 2,0—4,0 по серной кислоте, концентрация бромида калия  $0,3 \cdot 10^{-5}$ — $1,8 \cdot 10^{-4}$  моль/л, концентрация акрифлавина  $(1,1—1,7) \cdot 10^{-4}$  моль/л. Предел обнаружения 0,05 мкг золота в 5 мл водной фазы.

Разработана экстракционно-флуориметрическая методика определения микроколичеств золота в производственных растворах.

Рис. 2, табл. 1, библиограф. ссылок 4.

Для экстракционно-флуориметрического определения микрограммовых количеств золота нами ранее были применены родаминовые и акридиновые красители в серноокислой среде [1—3], а также акридиновый желтый в серноокислой среде [4]. Настоящая работа посвящена изучению взаимодействия бромоаурат-ионов с акрифлавином в бромидно-серноокислой среде и имеет целью разработку методики экстракционно-флуориметрического определения микрограммовых количеств золота в золотосодержащих производственных растворах.

### Экспериментальная часть

Стандартные растворы золота (III), бромида калия и акрифлавина готовили как описано в [3]. Равновесные значения рН водных фаз контролировали рН-метром—милливольтметром «рН-121». Спектры возбуждения и флуоресценции органических экстрактов регистрировали и интенсивность флуоресценции измеряли на спектрофлуориметре «MPF-43» фирмы «Перкин-Эльмер».

Максимумы на спектрах поглощения и флуоресценции бутилацетатных экстрактов бромоаурата акрифлавина и простой соли красителя наблюдаются при 465 и 490 нм, соответственно (рис. 1).

С целью выбора наиболее подходящего экстрагента были испытаны различные органические растворители и их бинарные смеси. Оказалось, что наиболее высокие значения относительной дифференциальной интенсивности флуоресценции ( $\Delta J/J_0$ ) обеспечивает бутилацетат, который практически не экстрагирует простую соль красителя, что обуславливает минимальные значения фоновой флуоресценции.

Флуоресценцию экстрактов возбуждали монохроматическим световым потоком от ксеноновой лампы мощностью 150 Вт, а интенсивность флуоресценции измеряли при 490 нм ( $\lambda_{возб} = 465$  нм). Максимальной и практически постоянной интенсивностью флуоресценции

обладают экстракты, полученные из водных растворов с рН 2,0—4,0 (рис. 2). Дальнейшие измерения проводились при рН 2,0 по серной кислоте. Для обеспечения максимальных значений интенсивности флуоресценции необходимо создать в растворе концентрацию бромидов калия и акрифлавина  $0,3 \cdot 10^{-5}$ — $1,8 \cdot 10^{-4}$  и  $(1,1$ — $1,7) \cdot 10^{-4}$  моль/л, соответственно, в конечном объеме водной фазы.

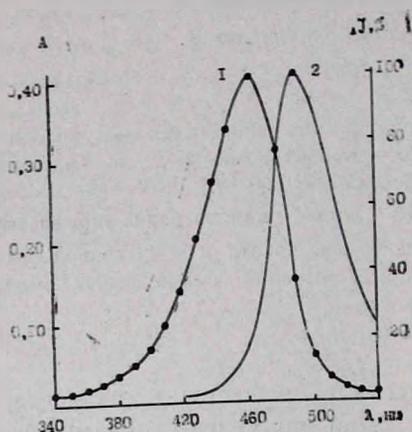


Рис. 1. Спектры возбуждения (1) и флуоресценции (2) бутилацетатных экстрактов ионного ассоциата бромоаурата акрифлавина:

$C_{Au} = 3,0 \cdot 10^{-6}$  моль/л;  $C_{AФ} = 6,3 \cdot 10^{-5}$  моль/л;  $C_{Br} = 1,0 \cdot 10^{-4}$  моль/л;  $l = 1,0$  см; рН 2,0 по серной кислоте.

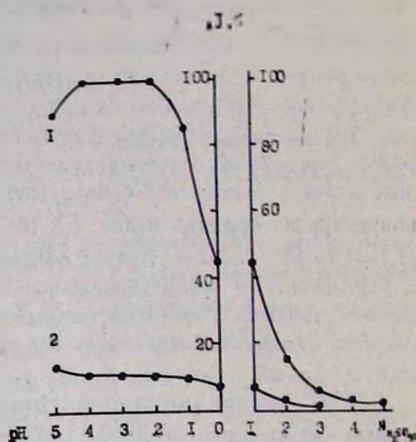


Рис. 2. Зависимость интенсивности флуоресценции экстрактов бромоаурата акрифлавина (1) и «холодных» экстрактов (2) от кислотности водной фазы:

$C_{Au} = 3,0 \cdot 10^{-6}$  моль/л;  $C_{AФ} = 6,3 \cdot 10^{-5}$  моль/л;  $C_{Br} = 1,0 \cdot 10^{-4}$  моль/л.

В установленных оптимальных для экстракции условиях при равных объемах водной и органической фаз степень извлечения бромоаурата акрифлавина составляет 92,3%. Интенсивность флуоресценции экстрактов неизменна в течение 24 ч. Для стабилизации экстрактов к ним добавляли 1 мл ацетона. Образующийся ионный ассоциат бромоаурата акрифлавина практически количественно извлекается в органическую фазу при однократной экстракции в течение 1 мин. Градуировочный график линеен в интервале концентраций золота (III) 0,03—1,8 мкг/мл в конечном объеме водной фазы. Предел обнаружения, рассчитанный по 3 s-критерию, составляет 0,005 мкг/мл.

Экстракция может быть проведена из водной фазы объемом 15 мл, что позволяет провести трехкратное концентрирование и снизить соответственно предел обнаружения.

Установлено, что определение золота в количестве 3,0 мкг в 5 мл водной фазы может быть проведено в присутствии миллиграммовых количеств кобальта, магния, марганца (II), кальция, алюминия, никеля, меди, родия и хлорид-ионов. Определению мешают таллий (III), палладий (II), платина (IV), сурьма (V).

На основании полученных результатов разработана методика экстракционно-флуориметрического определения золота в золотосо-

державших производственных растворах Ереванской ювелирной фабрики.

### Выполнение определения

Аликвотный объем анализируемого производственного раствора, содержащего золото—(2,5—5,0 мл), переносят в колбу Эрленмейера, добавляют 10—15 мл смеси 10% растворов серной и азотной кислот в соотношении 3:1. Колбу переносят на электроплитку и раствор упаривают до объема 1—2 мл, время от времени перемешивая. Далее проводят денитрацию дистиллированной водой или раствором серной кислоты с рН 2,0. Снова упаривают до объема примерно 5 мл, повторяя эту операцию 3—4 раза. К полученному раствору объемом 5 мл добавляют 20—30 мл горячей дистиллированной воды, отфильтровывают, остаток на фильтре промывают горячей дистиллированной водой, собирают фильтрат и доводят его объем до 100 мл в мерной колбе раствором серной кислоты с рН 2,0. Отбирают аликвотную часть этого раствора (2,0 мл), добавляют 1,8 мл  $1,0 \cdot 10^{-4}$  моль/л раствора бромида калия, 1,6 мл  $1,0 \cdot 10^{-4}$  моль/л раствора акрифлавина и доводят объем водной фазы до 10 мл при помощи раствора серной кислоты так, чтобы рН водной фазы был равен 2,0. После этого добавляют 5 мл бутилацетата, встряхивают в течение 1 мин, отделяют органическую фазу и измеряют интенсивность флуоресценции бутилацетатных экстрактов при  $\lambda = 490$  нм. Содержание золота в производственных растворах определяют с помощью градуировочного графика или методом добавок.

Результаты определения содержания золота в производственных растворах Ереванской ювелирной фабрики приведены в таблице.

Таблица

Результаты определения золота в производственных растворах ( $n = 6$ ,  $P = 0.95$ )

Введено золота, мкг/мл	Найдено золота, мкг/мл	$C_x$ , мкг/мл	$s$	$s_r$	$C_x \pm s$
1,0	2,24	1,20	0,034	0,028	$1,20 \pm 0,03$
	2,19				
	2,15				
	2,20				
	2,23				
2,0	2,20	1,21	0,037	0,031	$1,21 \pm 0,03$
	3,21				
	3,18				
	3,16				
	3,20				
3,0	3,24	1,20	0,029	0,024	$1,20 \pm 0,02$
	3,26				
	4,18				
	4,20				
	4,17				
	4,24				
	4,18				
	4,23				

ՈՍԿՈՒ ՄԻԿՐՈԳՐԱՄԱՅԻՆ ՔԱՆԱԿՆԵՐԻ ԷՔՍՏՐԱԿՑԻՈՆ-ՖԼՈՐՈՒՄԵՏՐԱՓՈՒԿԱՆ ՈՐՈՇՈՒՄԸ ԱԿՐԻՖԼԱՎԻՆՈՎ

Ջ. Ա. ՄԻԿԱԵԼՅԱՆ Ե Ն. Գ. ԽԱՉԱՏՐՅԱՆ

Մշակված է ոսկու որոշման էքստրակցիոն-ֆլուորալափական եղանակ ծծմբաթթվային միջավայրում ակրիֆլավինով: Ակրիֆլավինի բրոմատուրատը քանակապես լուծահանվում է բուտիլացետատով pH 2,0—4,0 թթվություն ունեցող ջրային ֆազերից: Հայտնաբերման սահմանը կազմում է 0,005 մկգ ոսկի 5 մլ ջրային ֆազում: Որոշմանը խանգարում են թալիում (III)-ը, պալադիում (II)-ը, պլատին (IV)-ը և ծարիր (V)-ը: Եղանակը կիրառվել է Երևանի ոսկերչական ֆաբրիկայի արտադրական լուծույթներում ոսկու որոշման համար:

EXTRACTION-FLUORIMETRIC DETERMINATION OF MICROGRAM AMOUNTS OF GOLD BY ACRIFLAVINE

J. A. MIKHAELIAN and H. G. KHACHATRIAN

The base dye- acriflavine in sulfuric acid solutions has been suggested for extraction-fluorimetric determination of microgram amounts of gold in the industrial wastes. The optimal conditions of acriflavine bromoaurate extraction are following pH 2,0—4,0, KBr content ( $0,3 \cdot 10^{-5}$ — $1,8 \cdot 10^{-4}$ ) mol/l, acriflavine content  $(1,1-1,7) \cdot 10^{-4}$  mol/l. The lower limit of determination of Au is 0,005  $\mu$ g in 5 ml of aqueous solution.

Л И Т Е Р А Т У Р А

1. Григорян Л. А., Микаелян Дж. А., Тараян В. М. — Арм. хим. ж., 1976, т. 29, № 11, с. 929.
2. Григорян Л. А., Микаелян Дж. А., Тараян В. М. — Арм. хим. ж., 1980, т. 33, № 7, с. 545.
3. Григорян Л. А., Микаелян Дж. А., Тараян В. М. — ЖАХ, 1980, т. 35, № 1, с. 45.
4. Микаелян Дж. А., Хачатрян А. Г. — Уч. зап. ЕГУ, 1987, № 3, с. 157.