

ЭКСТРАКЦИОННО-ФЛУОРИМЕТРИЧЕСКОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ ТАЛЛИЯ НИЛЬСКИМ СИНИМ «Б»

Л. Ж. А. МИКАЕЛЯН, В. Ж. АРЦРУНИ и А. Г. ХАЧАГРЯН

Ереванский государственный университет
Ереванский государственный инженерный университет

Поступило 18 VII 1994

Ранее нильский синий «Б» был использован для экстракционно-фотометрического определения таллия [1]. Данная работа имеет целью выяснить возможности применения основного красителя оксазинового ряда нильского синего «Б» в качестве реагента для экстракционно-флуориметрического определения микроколичеств таллия.

Из довольно большого числа органических растворителей, а также их бинарных смесей, опробованных в качестве экстрагента для извлечения нонного ассоциата, образующегося при взаимодействии красителя с бромталлатом, наиболее пригодным оказался амилацетат. Простая соль красителя практически не извлекается в органическую фазу, в то время как бромталлат нильского синего «Б» количественно переходит в органическую фазу при однократной экстракции, что было подтверждено методом повторных экстракций.

Спектр флуоресценции изоамилацетатных экстрактов был снят на спектрофлуориметре «МРФ-43» фирмы «Перкин-Эльмер». Максимальная яркость свечения наблюдается при длине волны 655 нм.

С целью установления оптимальных условий экстракции была изучена зависимость интенсивности флуоресценции амилацетатных экстрактов бромталлата нильского синего и простой соли красителя от кислотности водной фазы. За оптимальную принята кислотность, при которой наблюдается максимально большая разность интенсивности флуоресценции экстрактов соединения и простой соли красителя, при одновременно возможно более низких значениях интенсивности флуоресценции «холостых» экстрактов. Установлено, что при pH 1,0 по серной кислоте бромталлат нильского синего количественно извлекается 10 мл амилацетата при объемном отношении фаз 1:1.

Максимальная интенсивность флуоресценции экстрактов наблюдается при концентрации красителя 0,005—0,01% и концентрации бромид-ионов (2,5—3,5) · 10⁻⁴ моль/л. При более высоких концентрациях красителя возрастает интенсивность флуоресценции «холостых» экстрактов. Прямолинейная зависимость между интенсивностью флуоресценции органических экстрактов и содержанием таллия наблюдается в интервале 0,05—11,0 мкг/мл. Интенсивность флуоресценции экстрактов остается неизменной в течение 12 ч.

Исследована избирательность экстракции бромидного ацидокомплекса таллия (III) с нильским синим и установлено, что извлечению микрограммовых количеств таллия не мешают на 4—5 порядков большие количества кобальта (II), никеля (II), цинка, алюминия, кадмия, кальция, магния. Определению таллия мешают соизмеримые количества золота (III), сурьмы (V), палладия (II), ртути (II).

На основании полученных данных разработана методика экстракционно-флуориметрического определения таллия в руде.

Ход анализа. Навеску 0,1—0,5 г мелкоизмельченной руды обрабатывают 10 мл конц. азотной кислоты в конической колбе. После разложения пробы раствор упаривают досуха, проводят денитрацию, доводят объем до 25 мл с помощью раствора серной кислоты (3,0 моль/л), приливают 1 мл 10% раствора брома и оставляют на 5—10 мин. Избыток брома удаляют путем упаривания до влажных солей. После чего остаток влажных солей растворяют в 25 мл 0,5 моль/л раствора серной кислоты.

Аликвотную часть полученного раствора переносят в делительную воронку, добавляют серную кислоту для обеспечения кислотности pH 1,0 в конечном объеме водной фазы и добавляют 1 мл 0,01 моль/л раствора бромида калия и 1 мл 0,005% раствора нильского синего. Доводят объем водной фазы до 10 мл и экстрагируют равным объемом амилacetата в течение 1 мин. После разделения фаз измеряют интенсивность флуоресценции органического экстракта при 655 нм. Содержание таллия в анализируемом препарате определяют с помощью градуировочного графика.

В стандартном образце марганцевой сульфидной руды с аттестованным содержанием таллия 0,042% определено по предлагаемой методике ($0,041 \pm 0,003$) при степени надежности $P=0,95$ и $n=5$.

Л И Т Е Р А Т У Р А

1. Тариян В. М., Овсепян Е. Н., Арцруни В. Ж. — Арм. хим. ж., 1969, т. 22, № 11, с. 992.

Химический журнал Армении, т. 48, № 1—3, стр. 123—126 (1995 г.)

УДК 547.979.733+543.422

ПРЯМОЙ СИНТЕЗ НИТРОЗИЛЬНОГО КОМПЛЕКСА МЕЗО- ТЕТРАФЕНИЛПОРФИРИНАТОКОБАЛЬТА (II)

Г. С. БУРТИКЯН, Г. Г. МАРТИРОСЯН, А. В. ГАСПАРЯН и Г. А. ЖАМКОЧЯН

Армянский институт прикладной химии «АРИАК», Ереван

Поступило 4 VIII 1994

Способность металлопорфиринов (МП) координировать в аксиальных положениях различные лиганды является одним из тех заме-