

ЭКСТРАКЦИОННО-АБСОРБЦИОМЕТРИЧЕСКОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ МИКРОГРАММОВЫХ КОЛИЧЕСТВ ЗОЛОТА (III) НИЛЬСКИМ СИНИМ «Б»

Н. О. ГЕОКЧЯН и А. Г. ХАЧАТРЯН

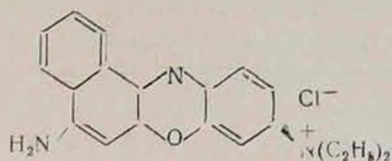
Ереванский государственный университет

Поступило 3 II 1996

Ранее для экстракционно-абсорбиметрического определения микрограммовых количеств золота (III) был применен нильский голубой «А» в солянокислой среде, т. е. кислая сернистая соль аминафтодиэтиламинофеноксазина [1]. Далее этот краситель был использован Багдасаровым с сотрудниками для экстракции хлораурата нильского голубого «А» различными органическими растворителями [2].

Основной оксазиновый краситель нильский синий «Б» пока еще не нашел достаточного применения для экстракционно-абсорбиметрического определения элементов, образующих ацидокомплексы.

В данной работе описано взаимодействие бромидного анионного комплекса золота (III) с основным красителем нильским синим «Б».



Стандартный раствор золота (III), а также растворы бромида калия и красителя готовили как описано в литературе [1].

Для извлечения бромаурата был использован хлороформ в качестве экстрагента, обеспечивающего максимальную оптическую плотность экстрактов бромаурата нильского синего «Б» при минимальной оптической плотности экстрактов контрольных опытов.

На спектрах светопоглощения водного раствора нильского синего «Б», экстрактов бромаурата красителя и простой соли красителя максимальное светопоглощение наблюдается при длине волны 640 нм.

Максимальные значения оптической плотности экстрактов бромаурата красителя обеспечиваются в следующих оптимальных условиях: концентрация бромида калия $0,6 \cdot 10^{-5}$ — $2,0 \cdot 10^{-5}$ моль/л, концентрация красителя $0,6 \cdot 10^{-3}$ — $1,4 \cdot 10^{-3}$ моль/л, кислотность водной фазы pH 1,0 по серной кислоте.

Экстракционное равновесие устанавливается в течение 1 мин при равных объемах водной и органической фаз. Степень извлечения ионного ассоциата в указанных условиях составляет 87,0% при одно-

кратной экстракции. Оптическая плотность экстрактов, полученных в оптимальных условиях, остается неизменной в течение 24 ч. Мольное соотношение бромаурата и катиона нильского синего «Б» в образующемся ионном ассоциате, определенное методом прямой линии Асмуса, оказалось равным 1:1. Диапазон определяемых концентраций золота 0,6—8,4 мкг/мл.

Среднее значение кажущегося мольного коэффициента светопоглощения, рассчитанное по данным калибровочного графика, $\epsilon_{640} = 1,0 \cdot 10^5$.

В найденных оптимальных условиях была изучена избирательность экстракции золота (III) нильским синим «Б». Определению не мешают миллиграммовые количества целого ряда ионов, определению мешают платина (IV), таллий (III) и железо (III).

На основании полученных данных разработана методика экстракционно-абсорбциометрического определения золота в катализаторах.

Выполнение анализа. Навеску мелкоизмельченного катализатора массой около 0,5 г помещают в коническую колбу вместимостью 200 мл, смачивают дистиллированной водой (2—3 мл), прибавляют 5—7 мл конц. серной кислоты, 1—2 мл конц. азотной кислоты и нагревают на водяной бане. После прекращения бурной реакции раствор упаривают до объема 2—3 мл, добавляют 5—7 мл конц. серной кислоты и вновь упаривают, повторяя операцию еще 4—5 раз, после чего упаривают раствор до влажных солей. Раствор охлаждают, добавляют 10—15 мл горячей 0,1 моль/л серной кислоты, нагревают до 70—80°, отфильтровывают носитель—оксид алюминия, промывают на фильтре горячей подкисленной до pH 1,0 дистиллированной водой, собирая фильтрат в мерную колбу вместимостью 100 мл, и доводят объем до метки 0,1 моль/л раствором серной кислоты.

Для определения золота аликвотную часть полученного раствора (1,0—2,0 мл) переносят в делительную воронку, прибавляют 1,2 мл 0,05% раствора нильского синего «Б», создают оптимальную кислотность, доводя до объема 7,0 мл 0,1 моль/л раствором серной кислоты и встряхивают 1 мин с равным объемом хлороформа. После разделения фаз измеряют оптическую плотность органических экстрактов на спектрофотометре «СФ-16» при длине волны 640 нм. Содержание золота в исследуемом образце катализатора рассчитывают по градуировочному графику. В стандартном образце катализатора с паспортным содержанием 0,26% было определено 0,24% с относительной ошибкой 7,7%.

ЛИТЕРАТУРА

1. Тараян В. М., Микаелян Дж. А.—Арм. хим. ж., 1969, т. 22, № 4, с. 308.
2. Мамыгина С. В., Багдасаров К. И., Шемелева Г. Г.—Физико-химические методы анализа и контроля производства. Об экстракции хлораурата нильского голубого органическими красителями. Махачкала, 1973, с. 135.