

УДК 546.719

АНАЛИТИЧЕСКАЯ ХИМИЯ

Л. А. Григорян, А. Г. Гайбакян, член-корреспондент АН Армянской ССР  
 В. М. Тараян

Экстракционно-флуориметрическое определение рения  
 акридиновым оранжевым

(Представлено 22/IX 1971)

Для экстракционно-флуориметрического определения рения ранее нашли себе применение основные красители ксантенового ряда: родамин С (1), родамин 6 Ж (2-4), бутилродамин С и этилродамин С (5,6).

А. И. Иванкова и Д. П. Щербов (4) разработали методику экстракционно-флуориметрического определения рения экстракцией ассоциата перренат-аниона с родамином 6 Ж. Ассоциат извлекался 6 мл бензола из 10—25 мл водной фазы, содержащей серную кислоту в 1 н. концентрации. Метод позволяет определять от 1 до 30 мкг рения в указанном объеме. При навеске в 2 г это соответствует содержанию рения в руде не менее  $2 \cdot 10^{-4} \%$ .

В работе И. А. Блюма и И. А. Бруштейн (6) описан экстракционно-флуориметрический метод определения рения с применением этилродамин С. Авторами установлено, что чувствительность и селективность метода могут быть повышены путем предварительного концентрирования элемента экстракцией перрената упомянутым красителем с последующей реэкстракцией и флуориметрическим определением с тем же красителем. Минимальное количество, определяемое разработанным методом, равно 0,2 мкг рения в навеске весом в 2 г ( $10^{-5} \%$ ), а коэффициент вариации равен 25.

Ранее, при разработке методов экстракционно-фотометрического определения микрограммовых количеств рения (7), тантала (8), галлия (9), урана (10) и таллия, было замечено, что как водные растворы, так и экстракты ионных ассоциатов ацидокомплексов перечисленных элементов с акридиновым оранжевым НО, имеют желто-зеленую флуоресценцию. Предварительные исследования показали возможность разработки экстракционно-флуориметрического определения микрограммовых количеств некоторых редких элементов с использованием в качестве соответствующего флуориметрического реагента акридинового оранжевого НО\*.

\* Далее будет обозначаться АО

Настоящее исследование посвящено разработке экстракционно-флуориметрического метода определения рения АО. В ходе работы были исследованы: спектры поглощения и флуоресценции соединения АО с перренат-ионом, влияние кислотности среды на интенсивность его флуоресценции, пределы концентрации для определения рения, поведение других элементов в условиях определения рения и их влияние на результаты определения.

Для подбора скрещенных светофильтров сняты спектры поглощения и флуоресценции полученных экстрактов (спектрофотометр СФ-1 и СФ-10) с фотоумножителем ФЭУ-38. Максимум поглощения наблюдается в области спектра 505 нм, а максимум излучения 520 нм. Яркость

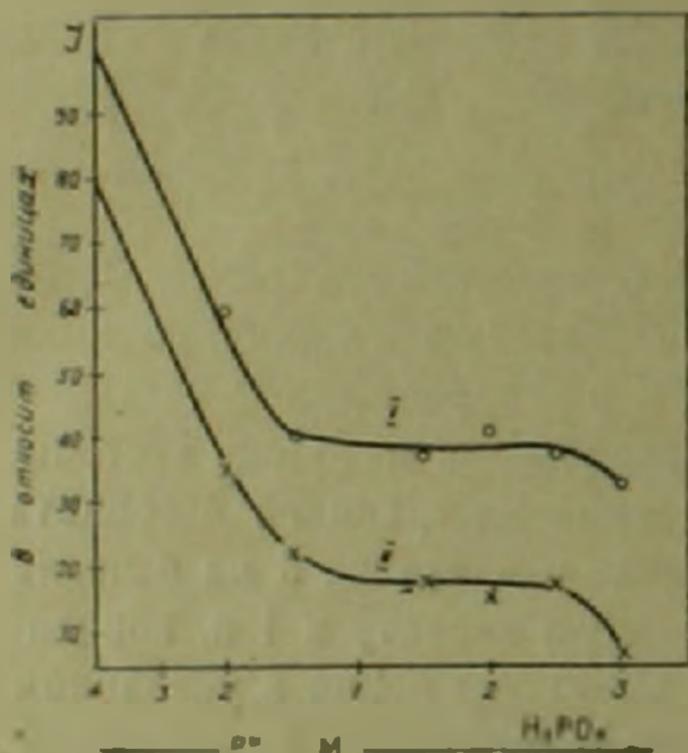


Рис. 1

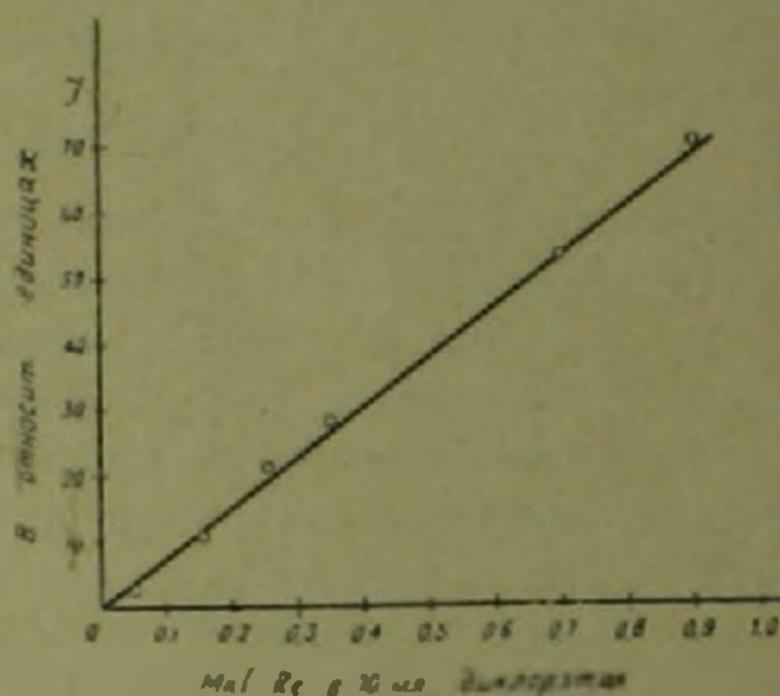


Рис. 2

Рис. 1. Зависимость яркости флуоресценции от кислотности среды. I—соединение  $\text{ReO}_4^-$  с акридиновым оранжевым NO; II—раствор сравнения—холостой опыт  $[\text{АО}] = 3,0 \cdot 10^{-1} \text{ М}$ ,  $[\text{ReO}_4^-] = 1,62 \cdot 10^{-6} \text{ М} = 0,3 \text{ мкг/мл}$ .

Рис. 2. Калибровочный график для определения рения АО. Объем водной и органической фаз 10 мл  $[\text{АО}] = 6,6 \cdot 10^{-6} \text{ М/л}$ ;  $\text{pH} = 0,55$

флуоресценции измерялась на флуориметре с фотоумножителем ФЭУ-38.

Возбуждение флуоресценции осуществлялось лампой накаливания (8 в 25 вт). Первичными светофильтрами служили образцовые цветные стекла С 3 С—22 + СС4 или растворы 80% нитрата меди и 20% хромата калия при толщине слоя 30 и 1 мм соответственно.

Из вторичных светофильтров были применены: цветное стекло ОС-13 или 20 мм слой 60% нитрата меди и 20 мм слой 20% хромата калия.

Влияние кислотности водной фазы исследовали в пределах от pH 6 до 7 М  $\text{H}_3\text{PO}_4$ . Результаты показаны на рис. 1, из которого видно, что в интервале 0,5—2,5 М  $\text{H}_3\text{PO}_4$  экстракт исследуемого соединения обладает постоянной яркостью свечения.

Последняя, при извлечении соединения из 2 М раствора  $\text{H}_3\text{PO}_4$  и хранении экстракта в темноте, остается постоянной в течение трех дней.

График зависимости яркости флуоресценции экстракта перрената АО от концентрации перрената показал, что при избыточном соотношении фаз в 10 мл дихлорэтана можно определять от 0,05 до 40 мкг рения (рис. 2).

Метод был применен для определения рения в медномолибденовых рудах, в молибденовых концентратах, а также в «хвостах» (отходах) от молибденовых руд. Установлено, что в указанных условиях, определению 1 мкг рения не мешает присутствие в водной фазе 100 мг молибдена. Для разложения руд и перевода рения в раствор был применен метод спекания с окисью кальция, позволяющий освободиться от многих мешающих элементов и в частности, от ионов меди. Коэффициент вариации при определении 0,2 мкг рения ( $5 \cdot 10^{-6}$  при навеске 3 г) равен 15—20.

Ереванский государственный университет

Լ. Զ. ՉՐԻՉՈՐՅԱՆ, Ա. Գ. ԳԱՅՐԱԿՅԱՆ, Հայկական ՍՍՀ ԳԱ ԲԴՐ-ԿԻՑ-ՊԵՂՊԻ  
Վ. Մ. ՔԱՌԱՅԱՆ

ԻՒՆԵՐՈՒՄԻ ԼԻՆԱՐԱԿԵՄԻՈՆ ՖԼՈՒՐԵՍԵՆՏԻԿ ՈՐՈՇՈՒՄՆ ԱԿՐԻԴԻՆԱՅԻՆ  
ՆԱՐՆՉԱԳՈՒՅՆՈՎ

Նախնական հետազոտությունները ցույց են տվել, որ ակրիդինային նարնջագույն NO-ի օգտագործման հնարավորությունը որպես ֆլուորեսցենսային ռեագենտ մի շարք մետաղների (Re, Ta, Ga, Tl, U և այլն) որոշման համար, որոնց հետ այն առաջացնում է դեղնականաչավուն ֆլուորեսցենցիա ունեցող ասոցիատներ: Պերոքսիդներ ակրիդինային նարնջագույնի հետ առաջացնում է ասոցիատ, որը ֆոսֆորական թթվի լուծույթից էքստրակցվում է դիքլորէթանով: Որոշված են էքստրակցիայի և ֆլուորեսցենցիայի օպտիմալ պայմանները (0,5—2,5 M H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub>), 10 մլ դիքլորէթանում կարելի է որոշել 0,05—40 մկգ ռենիում: Ողակակր կիրառված է մոդիֆիկացնել հանքանյութերի և թափոնների վրա: 0,2 մկգ ռենիումի որոշման ժամանակ ( $5 \cdot 10^{-6}$  % Re, 3 գ կշռվածք) վարիացիայի գործակիցը հավասար է 15—20:

#### Л И Т Е Р А Т У Р А — Գ Ր Ա Չ Ա Ն Ո Ւ Ր Յ Ո Ւ Ն

1 Д. П. Щербов, А. И. Иванкова, «Заводская лаборатория», 24, 1346 (1968). 2 Д. П. Щербов, А. И. Иванкова, «Заводская лаборатория», 24, 6, 667 (1968). 3 А. И. Иванкова, Материалы VIII совещания работников лабораторий геологических организаций, вып. 3, стр. 28, М., 1961. 4 А. И. Иванкова, Д. П. Щербов, «Заводская лаборатория», 29, 787 (1963). 5 И. А. Блюм, Т. К. Душина, «Заводская лаборатория», 28, 903 (1962). 6 И. А. Блюм, И. А. Бруштейн, «Заводская лаборатория», 36, 9, 1032 (1970). 7 В. М. Тараян, А. Г. Гайбикян, «Армянский хим. журн.», 23, 10, 895 (1970). 8 В. М. Тараян, Е. Н. Овсепян, С. Р. Бархударян, Ученые записки Ереванского государственного университета № 2, стр. 32 (1970). 9 В. М. Тараян, Е. Н. Овсепян, А. Н. Погосян, «Армянский хим. журн.», 24 (1971). 10 В. М. Тараян, Е. Н. Овсепян, А. А. Петросян, «Армянский хим. журн.», 24 (1971).