

УДК 543.4+542.65+546.59+668.813

Н.О.ГЕОКЧЯН, К.Х. АВАКЯН, А.А. ЕГИАЗАРЯН, ДЖ.А. МИКАЕЛЯН, А.Г. ХАЧАТРЯН

### ИЗУЧЕНИЕ ВЗАИМОДЕЙСТВИЯ БРОМАУРАТА С РИВАНОЛОМ ЭКСТРАКЦИОННО-АБСОРБЦИОМЕТРИЧЕСКИМ МЕТОДОМ В СЕРНО-КИСЛОЙ СРЕДЕ

В работе показано, что для экстрагирования бромаурата риванола из серно-кислых сред эффективным экстрагентом является дихлорэтан (ДХЭ). Оптимальная кислотность водной фазы –  $pH$  2,0. Градуировочный график прямолинеен в интервале содержания  $A_{ii}$  0,11 – 3,6  $\mu\text{кг}/\text{мл}$ . Соотношение золота (III) и риванола в экстрагируемом ионном ассоциате равно 1:1. Среднее значение кажущегося коэффициента молярного поглощения  $\bar{\epsilon}_{370} = 3,3 \cdot 10^4$ . Разработан экстракционно-абсорбциометрический метод определения золота в медно-сульфидных рудах.

Ранее для экстракционно-абсорбциометрического определения микрограммовых количеств золота нами были применены акридиновые красители в серно-кислой среде. Из акридиновых красителей применялись акридиновый оранжевый, акрифлавин и акридиновый желтый [1–3].

Настоящее сообщение посвящено изучению взаимодействия бромаурата с риванолом в бромидно-сернокислой среде с целью разработки метода экстракционно-абсорбциометрического определения микроколичеств золота в медно-сульфидных рудах. Риванол является представителем акридинового ряда.

**Экспериментальная часть.** Стандартные растворы золота (III) готовили по методу, описанному в [4]. Растворы бромиды калия и риванола готовили из точной навески препаратов. Риванол подвергался перекристаллизации. Важным условием для проведения экстракции является вопрос о растворителе. С этой целью были использованы различные органические растворители и их бинарные смеси. Наиболее пригодным экстрагентом оказался дихлорэтан (ДХЭ). Сняты спектры поглощения экстрактов образованного ионного ассоциата, “холостого” и водной фазы красителя риванола. Максимум светопоглощения наблюдается при длине волны  $\lambda = 370 \text{ нм}$ , наблюдается и второй максимум при  $\lambda = 450 \text{ нм}$  с довольно низким значением оптической плотности экстрактов (снято на спектрофотометре СФ-16).

Установлено, что оптическая плотность растворов с концентрацией лиганда  $\text{KBr}$   $(1,2 - 2,0) \cdot 10^{-2} \text{ моль/л}$  и красителя  $(0,8 - 1,5) \cdot 10^{-4} \text{ моль/л}$  максимальна при кислотности водной фазы  $pH$  2,0 по  $\text{H}_2\text{SO}_4$ . Экстракционное равновесие достигается за 2 мин., окрашенные экстракты устойчивы в течение 72 ч. Методом повторного экстрагирования [5] определен фактор извлечения ( $R = 89\%$ ). Соотношение водной и органической фаз 1:1. Диапазон определяемых концентраций  $A_{ii}$  составляет 0,11–3,6  $\mu\text{кг}/\text{мл}$  водной фазы. Исходя из калибровочного графика, был рассчитан молярный коэффициент светопоглощения:  $\bar{\epsilon}_{370} = 3,3 \cdot 10^4$ .

Молярное соотношение между бромаурат-анионом и катионом риванола в образующемся ионном ассоциате было определено методом прямой линии Асмуса и ока-

залось равным 1:1. В оптимальных условиях образования и экстракции бромаурата риванола было изучено влияние ряда катионов и анионов на избирательность экстракции.

Данные приведены в табл. 1.

Таблица 1

Допустимые молярные соотношения ионов при экстракционно-абсорбциометрическом определении  $1,15 \cdot 10^{-5}$  M золота (III) в конечном объеме водной фазы (оптимальные условия — в тексте, среда  $H_2SO_4$ )

Ион элемента	Массовое соотношение [элемент] : [Au]
Co(II)	$3,2 \cdot 10^5$
Mn(II)	$4,0 \cdot 10^5$
Zn	$3,0 \cdot 10^5$
Cu(II)	$4,0 \cdot 10^4$
Ni(II)	$7,0 \cdot 10^4$
Ca	$6,0 \cdot 10^4$
Mg	$6,0 \cdot 10^4$
Al	$6,0 \cdot 10^4$
Cd	$3,0 \cdot 10^4$
Cl	$5,0 \cdot 10^3$

Определению мешают Pt (IV) и Sb (V). Как видно из табл. 1, риванол обеспечивает более высокую избирательность в серно-кислой среде, чем в соляно-кислой. На основании полученных результатов разработан экстракционно-абсорбциометрический метод определения золота, апробированный на золотосодержащих медно-сульфидных рудах.

**Выполнение определения.** Навеску около 1,0 г мелкоизмельченного образца анализируемой руды переносят в колбу Эрленмейера вместимостью 250 мл и приливают 20 мл смеси концентрированных серной и азотной кислот (3:1). После прекращения бурной реакции колбу нагревают на водяной бане, время от времени перемешивая содержимое колбы. Упаривают до минимального объема (3–5 мл). В случае необходимости для полноты разложения добавляют новую порцию смеси кислот объемом 5–10 мл. Упаривают до влажных солей, после чего добавляют 3–5 мл 0,05 моль/л раствора серной кислоты и 20–30 мл горячей дистиллированной воды, пропускают содержимое колбы через стеклянный фильтр и на нем промывают остаток горячей дистиллированной водой. К полученному фильтрату, объемом не более 50–60 мл, прибавляют 0,15–0,20 мг теллура, 4–5 мл 0,01 M раствора серной кислоты, нагревают до кипения и прибавляют 15 мл 10 %-ого раствора гидразина и 5–10 мл 10 %-ого хлорида олова (II), растворенного в соляной кислоте (1:9). Выдерживают на водяной бане 10–15 мин., отфильтровывают осадок через 3–4 ч. или на следующий день. Осадок промывают на фильтре при помощи 6–7 мл горячей концентрированной серной кислоты, содержащей небольшое количество азотной кислоты, приливая последнюю по каплям и собирая фильтрат в стакане емкостью 100 мл. Промывают фильтр 2–3 раза горячей дистиллированной водой, собирая промывные воды в тот же стакан, упаривают фильтрат с промывными водами на водяной бане досуха и проводят денитрацию (удаление оксидов азота) горячей дистиллированной водой, повторяя указанную операцию 3–4 раза. Остаток переносят в делительную воронку при помощи 0,01 M раствора серной кислоты, создавая оптималь-

ные условия экстракции (добавляют  $(1,2-2,0) \cdot 10^{-2}$  M раствора бромида калия и  $(0,8-1,5) \cdot 10^{-3}$  M раствора риванола). Доводят объем водной фазы до 10 мл при помощи того же 0,01 M раствора серной кислоты, прибавляют равный объем ДХЭ и проводят экстракцию в течение 2 мин. После отделения фаз измеряют ОП полученного органического экстракта на спектрофотометре при длине волны 370 нм. Содержание золота в анализируемом образце рассчитывают при помощи градуировочного графика или по методу добавок.

Данные анализа образцов сульфидной золотосодержащей руды приведены в табл. 2.

Таблица 2

Результаты экстракционно-абсорбциометрического определения золота в руде (образец № 794-76. Управление геологии РА). Навеска 1,0 г,  $t_1 = 0,2$ ,  $n = 5$ ,  $P = 0,95$

Найдено Au, пробирным методом, г/т	Au, г/т	Au, г/т	Sr	$\bar{c} \pm b$ , г/т
	добавлено	найденно		
1,7	0,0	1,724	0,03	$1,72 \pm 0,06$
	0,5	2,183	0,03	$1,68 \pm 0,06$
	1,0	2,741	0,04	$1,74 \pm 0,08$
	2,0	3,596	0,05	$1,60 \pm 0,10$
	2,5	4,301	0,06	$1,80 \pm 0,11$

Таким образом, сопоставляя приведенные данные с полученными ранее для определения золота в соляно-кислой среде [6], можно заключить, что в серно-кислой среде риванол обеспечивает высокую избирательность. Достаточно широк диапазон определяемых концентраций золота (III), что несколько превосходит таковой для хлораурата в соляно-кислой среде. Образующийся ионный ассоциат более устойчив в серно-кислой среде (72 часа), что проявляется в длительной неизменности значений оптической плотности во времени.

Высоко и значение молярного коэффициента светопоглощения:

$$\bar{\epsilon}_{H_2SO_4} = 3,3 \cdot 10^4$$

Кафедра аналитической химии

Поступила 05.05.1998

#### ЛИТЕРАТУРА

1. Микаелян Дж.А., Хачатрян А.Г. Изучение взаимодействия бромаурата с основным красителем акридиновым оранжевым в сернокислой среде. – Уч. записки ЕГУ, 1989, №2 (171), с. 72 – 74.
2. Микаелян Дж.А., Хачатрян А.Г. Изучение взаимодействия бромаурата с акрифлавином экстракционно-абсорбциометрическим методом в сернокислой среде. – Уч. записки ЕГУ, 1990, №2 (174), с. 92-95.
3. Микаелян Дж.А., Хачатрян А.Г. Изучение взаимодействия бромаурата золота с красителем акридиновым желтым экстракционно-абсорбциометрическим методом. – Уч. записки ЕГУ, 1987, №2 (165), с. 105-108.
4. Тараян В.М., Микаелян Дж.А. Взаимодействия золота (III) с некоторыми тиазиновыми красителями. – Арм. хим. ж., 1968, т. 21, №10, с. 829-835.
5. Блюм И.А. Экстракционно-фотометрические методы анализа. М.: Наука, 1970, с. 34.
6. Геокчян Н.О., Авакян К.Х., Егизарян А.А., Микаелян Дж. А., Хачатрян А.Г. Экстракционно-абсорбциометрическое определение золота (III) с риванолом в соляно-кислой среде. – ДАН РА, 1999, № 3.

Ն.Օ. ԳՅՈԿՉՅԱՆ, Կ.Խ. ԱՎԱԳՅԱՆ, Ա.Ա. ԵՂԻԱԶԱՐՅԱՆ,  
Ջ.Ա. ՄԻՔԱՅԵԼՅԱՆ, Հ.Գ. ԽԱՉԱՏՐՅԱՆ

**ԲՐՈՍԱՆՈՒՐԱՏԻ ԵՎ ՌԻՎԱՆՈԼԻ ՓՈԽԱԶԴԵՑՈՒԹՅԱՆ  
ՈՒՍՈՒՄՆԱՍԻՐՈՒԹՅՈՒՆԸ ԾՆՄԲԱԹՎԱՅԻՆ ՄԻՋԱՎԱՅՐՈՒՄ  
ԷՔՍՏՐԱԿՑԻՈՆ-ԱԲՍՈՐԲՑԻՈՍԵՏՐԱԿԱՆ ԵՂԱՆԱԿՈՎ**

**Ա մ փ ո փ ու մ**

Ցույց է տրված, որ ծծմբաթթվային միջավայրից ( $pH\ 2,0$ ) ռիվանոլի բրոմատուրատի կորզման համար արդյունավետ կորզիչ է համարվում դիքլորէթանը: Թվացող մարման մոլային գործակիցը  $\bar{\epsilon}_{370} = 3,3 \cdot 10^4$ : Ոսկու և ռիվանոլի հարաբերությունը կորզվող իոնական ասոցիատում կազմում է 1:1: Մշակված է ոսկու կորզման էկստրակցիոն-աքսորբցիոմետրական եղանակ ռիվանոլով ոսկի պարունակող սուլֆիդային հանքերում: