

УДК 543.4+546.723+549.6+543.3

Ж. М. АРСТАМЯН

ЭКСТРАКЦИОННО-АБСОРБЦИОМЕТРИЧЕСКОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ ЖЕЛЕЗА ФУКСИНОМ В ПРИРОДНЫХ И СТОЧНЫХ ВОДАХ

Изучено взаимодействие железа(III) с основным красителем трифенилметанового ряда – фуксином. Образующийся ионный ассоциат извлекается дихлорэтаном однократной экстракцией ($R=0,965$) из 6,0–7,0*N* солянокислых растворов. Подчиняемость основному закону фотометрии наблюдается в интервале концентраций железа 0,25–6,0*мкг/мл*, $\bar{\epsilon} = 7,3 \cdot 10^4 \pm 400$ (*л · моль⁻¹ · см⁻¹*).

Мольное отношение компонентов равно 1:1. Разработанная методика была применена для определения железа(III) в минеральной воде Джермук и промстоках гальванического производства.

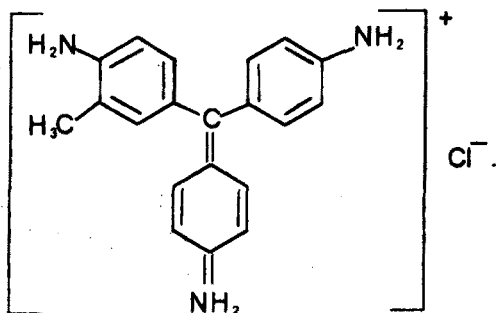
Железо – необходимый микроэлемент, играющий важную физиологическую роль в жизнедеятельности человека. Однако при повышенных содержаниях оно токсично. Так, при потреблении железа >200*мг* в день наступает гипатический сидероз [1]. Поэтому аналитический контроль за содержанием железа в объектах окружающей среды, в частности в водах, нужно проводить достаточно надежными методами. Приведенные в литературе данные по этой проблеме немногочисленны. Сточная, природная и питьевая воды имеют сложный макроэлементный состав. Для определения железа в них часто применяют сульфосалициловую кислоту, фенантролин, роданид, 2,2'-дипиридил. Однако они недостаточно селективны [2].

В этих же целях в водах горных источников, в сточной и питьевой водах применяется экстракционно-спектрофотометрический метод с использованием пиперазиновых аддуктов дибензоилметаната железа(II) ($\epsilon = 1,2 \cdot 10^4$ *л · моль⁻¹ · см⁻¹*) [3]. Метод твердофазной спектрофотометрии с мембранной фильтрацией применяется для определения железа в питьевой и поверхностных водах [4].

Ранее нами была показана возможность экстракционно-фотометрического определения микрограммовых количеств железа основными красителями различных рядов: трифенилметанового (ТФМ) [5, 6], тиазинового [7], родаминового [8] и др. Эти методы отличаются чувствительностью ($\epsilon = 8,0 \cdot 10^4 - 10 \cdot 10^4$ *л · моль⁻¹ · см⁻¹*) и избирательностью.

Настоящая работа посвящена изучению возможности применения красителя ТФМ-ряда – фуксина. В отличие от других ТФМ-красителей фуксин содержит несколько лиофильных $-NH_2$ -групп. Согласно литературным данным, такие красители проявляют малую экстракционную способность. С этой точки зрения исследование взаимодействия железа(III) с фуксином представляет большой интерес и никем еще не изучено.

Формула красителя такова:



Экспериментальная часть. Раствор железа(III) готовили растворением навески $FeCl_3 \cdot 6H_2O$ в $6,0N$ HCl . Титр раствора устанавливали меркуроредуктометрическим методом [9]. Рабочие растворы получали разбавлением запасного раствора $6,0N$ HCl . Раствор красителя готовили растворением навески препарата ч.д.а. в воде. Оптическую плотность (ОП) растворов измеряли на спектрофотометре СФ-16.

В качестве экстрагентов испытаны ароматические углеводороды, их хлорпроизводные, сложные эфиры уксусной кислоты.

Максимальное значение ОП ионного ассоциата (ИА) наблюдается при применении дихлорэтана.* При этом ОП «холостого опыта» незначительна ($A=0,01$), поэтому далее в качестве раствора сравнения использовался дихлорэтан. Следует отметить также, что все другие растворители оказались непригодными как для извлечения ИА, так и для «холостого опыта». Хлоридный ионный комплекс железа(III) ($FeCl_4^-$) практически полностью извлекается из $6,0-7,0N$ растворов соляной кислоты однократной экстракцией. Максимум светопоглощения наблюдается при длине волны $535-540nm$. Оптимальная концентрация реагента-красителя составляет $7,4 \cdot 10^{-4} - 1,04 \cdot 10^{-3} M$. Методом повторной экстракции определен фактор извлечения: $R=0,965$. Экстракционное равновесие создается за $0,5min$. ОП экстрактов ИА сохраняется постоянной в течение $1,5$ часов. Подчиняемость основному закону фотометрии наблюдается в интервале концентраций Fe $0,25-6,0mg/ml$. На основании данных калибровочного графика рассчитан средний молярный коэффициент погашения: $\bar{\epsilon} = 7,3 \cdot 10^4 \pm 400 (л \cdot моль^{-1} \cdot см^{-1})$. Методами прямой линии Асмуса и сдвига равновесия определено соотношение катиона красителя к $FeCl_4^-$ в ИА, равное $1:1$. Состав ИА можно представить так: $[кр.]^+ [FeCl_4]^-$. Изучено влияние ряда элементов, сопутствующих железу в водах. Определению $2,0mg$ железа не мешают: $5,1 \cdot 10^4$ -кратные количества

* При необходимости следует провести дополнительную очистку перегонкой.

Ca, Mg, $3,0 \cdot 10^4$ -кратные Al, Zn, $6,16 \cdot 10^3$ -кратные Ni, Mn, Cu, $1,9 \cdot 10^3$ -кратные – Cd. Мешают: хром, кобальт.

На основании установленных нами оптимальных условий экстракции разработанная методика применена для определения железа в минеральной воде Джермук и промстоках гальванического производства.

Определение железа в Джермуке. Пробу воды (25мл) выпаривают в фарфоровой чашке до влажных солей. Остаток растворяют в 6,0N HCl и в 25мл мерной колбе доливают до метки 6,0N HCl.

В делительной воронке к аликвотной части раствора (2,0мл) приливают 2,0мл 6,0N HCl, 0,5мл 0,05%-го раствора фуксина, 5,0мл дихлорэтана. Встряхивают 1мин, отделяют органическую фазу и измеряют ОП при длине волны 537nm, $v=0,1$ см. Результаты приведены в таблице.

*Определение железа в промстоках.** Пробу воды (25мл) выпаривают в фарфоровой чашке до влажных солей. Остаток растворяют в 6,0N HCl. При наличии мути раствор фильтрованием переносят в мерную колбу емкостью 25мл, доливают до метки 6,0N HCl. В делительной воронке к аликвотной части раствора (2мл) приливают 2мл 6,0N HCl и проводят определение железа по вышеописанной методике. Результаты приведены в таблице.

Результаты анализа. Проверка методом добавок ($P=0,95$, $n=6$, $t_a=2,78$)

Объект	Железо, мкг		$\overline{\Delta C_x}$	$S_x \cdot 10^{-2}$	$\overline{\Delta C_x} \pm t_a \cdot \frac{S}{\sqrt{n}}$
	введено	найдено			
Джермук, скважина № 2164	–	8,85			
	10	18,95	10,10	1,78	$10,10 \pm 0,19$
	10	19,20	10,35	2,03	$10,35 \pm 0,22$
Промстоки	–	14,50			
	10	24,95	10,45	2,20	$10,45 \pm 0,24$
	10	24,35	9,85	1,83	$9,85 \pm 0,20$

Таким образом, вопреки литературным данным, нам удалось осуществить количественное извлечение ионного ассоциата железа(III) с фуксином (содержащим лиофильные группы $-NH_2$) более высокополярным растворителем – дихлорэтаном.

Однако данный метод менее чувствителен, чем методы определения железа с другими трифенилметановыми красителями.

Кафедра аналитической химии

Поступила 23.02.2005

ЛИТЕРАТУРА

1. Методы анализа пищевых продуктов (под ред. Ю.А. Клячко). М.: Наука, 1988, с. 146.
2. Резников А.А., Муликовская Е.П., Соколов И.Ю. Методы анализа природных вод. М.: Госгеотехиздат, 1963, с. 125.
3. Алексеевский В.А. – ЖАХ, 1988, т. 43, № 3, с. 115.

* После очистки сточных вод от тяжелых металлов проводится контроль оставшегося железа(III).

4. Пилипенко А.Т., Терлецкая А.В., Богословская Т.А. – Там же, 1990, т. 45, № 8, с. 1624.
5. Арстамян Ж.М. – Ученые записки ЕГУ, 1982, № 1, с. 115.
6. Арстамян Ж.М. – Там же, 1983, № 1, с. 99.
7. Арстамян Ж.М. – Хим. ж. Армении, 1996, т. 49, № 3, с. 105.
8. Арстамян Ж.М. – Ученые записки ЕГУ, 1991, № 1, с. 81.
9. Тараян В.М. Меркуроредуктометрия. Ер.: Изд-во ЕГУ, 1980, с. 49.

ժ. Մ. ԱՌՏԱՄՅԱՆ

ԵՐԿԱԹԻ ԷՔՍՏՐԱԿՑԻՈՆ-ԱՔՍՈՐԲԵՑԻՈՍԵՏՐԻԿ ՈՐՈՇՈՒՄԸ ՖՈՒՔՍԻՆՈՎ ԲՆԱԿԱՆ ՋՐԵՐՈՒՄ ԵՎ ԹԱՓՈՆԱՋՐԵՐՈՒՄ

Ամփոփում

Հետազոտված է երկաթ(III)-ի քլորիդային անիոնային կոմպլեքսի փոխազդեցությունը տրիֆենիլմեթանային շարքի ներկանյութ ֆուքսինի հետ: Առաջացած իոնական ասոցիատը միանվագ լուծահանվում է դիքլորէթանով ($R=0,965$), $6,0-7,0N$ աղաթթվային միջավայրում: Լուսակլանման հիմնական օրենքին ենթարկվում է երկաթի $0,25-6,0մկգ/մլ$ քանակների դեպքում, $\bar{\epsilon} = 7,3 \cdot 10^4 \pm 400$ ($լ \cdot մոլ^{-1} \cdot սմ^{-1}$): Ասմուսի և հավասարակշռության տեղաշարժի մեթոդներով որոշվել է բաղադրիչների մոլային հարաբերությունը իոնական ասոցիատում: Այն կազմում է 1:1: Ուսումնասիրվել է երկաթին ուղեկցող տարրերի խանգարիչ ազդեցությունը:

Մշակված մեթոդը կիրառվել է Ջերմուկ հանքային ջրում և թափոնաջրերում երկաթը որոշելու համար:

Zh. M. ARSTAMYAN

EXTRACTION-ABSORPTIOMETRIC DETERMINATION OF IRON BY FUCHSINE IN NATURAL AND WASTE WATERS

Summary

An interaction of iron(III) chloride anionic complex with threephenyl-methane basic dye-fuchsine has been studied. The colored ionic associate could be extracted by dichlorethane ($R=0,965$) in $6,0-7,0N$ hydrochloric acid solutions. The extracts of ionic associate are submitted to be main law of spectrophotometer in the $0,25-6,0mcg/ml$ range of iron(III) contents, $\bar{\epsilon} = 7,3 \cdot 10^4 \pm 400(l \cdot mol^{-1} \cdot cm^{-1})$. The molar ratio between iron(III) chloride complex and fuchsine in ionic associate has been determined by method of Asmuse, which (1:1). The influence of interfering elements on the determination of iron has been studied.

Method elaborated has been applied for determination of iron in mineral water «Jermuk» and waste waters .