

УДК 542.61

ВЛИЯНИЕ СОПУТСТВУЮЩИХ ЭЛЕМЕНТОВ НА СПЕКТРОСКОПИЧЕСКОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ СЕРЕБРА С ТИОСЕМИКАРБАЗИДОМ В РАСПЛАВЕ СТЕАРИНОВОЙ КИСЛОТЫ

К.С. Тосмаганбетова, С.С. Досмагамбетова, А.К. Ташенов

Евразийский национальный университет им. Л.Н. Гумилева, г. Астана

E-mail: guldi69@mail.ru

Получены спектры диффузного отражения и поглощения соединений меди (II), цинка (II), свинца (II) в расплаве тиосемикарбазида в стеариновой кислоте. Спектры характеризуются собственными параметрами, отличающимися от параметров спектров исходных реагентов и соединения серебра (I). На основе спектральных характеристик образцов, полученных экстракцией из водных растворов, содержащих ионы серебра (I) и меди (II), цинка (II), свинца (II) в различных соотношениях, и анализа искусственных смесей, содержащих одновременно все изученные элементы, показано, что на спектроскопическое определение серебра (I) в твердых экстрактах ионы сопутствующих металлов до соотношений 1:10 не оказывают влияния.

Ключевые слова:

Серебро, медь, цинк, свинец, стеариновая кислота, тиосемикарбазид, экстракция, степень экстракции, селективность, спектр диффузного отражения, спектр абсорбции, твердофазная спектроскопия.

Key words:

Silver, copper, zinc, lead, stearic acid, thiosemicarbazid, extraction, extent extraction, selectivity, spectrums of diffusive reflection, absorption spectrum, solid phase spectroscopy.

Основное условие успешного применения спектроскопических методов для анализа неорганических и органических веществ — это идентичность или, по крайней мере, близость составов анализируемого материала и образцов сравнения, применяемых для градуировки. Поэтому при определении металлов применяют косвенные методы, но это увеличивает продолжительность, трудоемкость и погрешность анализа за счет потери летучих соединений металлов. Стандартные образцы для прямых спектроскопических методов могут быть получены путем отбора материала из природных веществ и специальными методами (выплавкой металлов и сплавов с дальнейшим диспергированием или механической и термической обработкой). Однако полученные таким образом образцы характеризуются неоднородностью и не являются представительными.

Перспективным спектроскопическим методом анализа твердых образцов является метод твердофазной спектроскопии. Методы твердофазной спектроскопии основываются на измерении: коэффициента диффузного отражения $F(R)$ — в спектроскопии диффузного отражения и оптической плотности A — в твердофазной спектрофотометрии. В этих методах в качестве образцов — излучателей используют, как правило, сорбированные комплексы органических реагентов с определяемым компонентом на инертном носителе. Применение образцов на основе сорбентов ограничено рядом характерных для них недостатков: неоднородность, способность реагировать с молекулами адсорбента и воды, изменение спектров отражения по сравнению со спектром свободных молекул [1–3].

Экстракты на основе легкоплавких органических веществ характеризуются гомогенностью распределения определяемого вещества и обеспечи-

вают близость составов образцов с известным содержанием вещества с составами анализируемых образцов спектроскопического определения элементов, позволяют исключить матричные эффекты. Полученная после экстракции застывшая компактная органическая фаза легко подвергается обработке прессованием или плавлением и дает возможность быстро получить образец-излучатель. Поэтому легкоплавкие экстрагенты могут быть применены в качестве образцов-излучателей для твердофазной спектроскопии [4, 5].

Систематическое исследование экстракции серебра и ряда сопутствующих ему элементов (медь, цинк, свинец) тиосемикарбазидом в расплаве стеариновой кислоты показало возможность селективного извлечения серебра. Представляло интерес изучить влияние этих элементов на его спектроскопическое определение. Поэтому целью работы являлась разработка селективного твердофазно-спектроскопического метода определения серебра в многокомпонентных объектах окружающей среды. В соответствии с целью исследования изучено влияние указанных выше элементов на определение содержания серебра методом твердофазной спектроскопии в твердых образцах.

Экспериментальная часть

Реагенты, аппаратура и техника эксперимента подробно описаны в предыдущей статье авторов [6].

Результаты и их обсуждение

С целью изучения влияния ряда сопутствующих элементов — меди, цинка, свинца — на аналитический сигнал серебра в твердых образцах проведено спектроскопическое исследование исходных реагентов и экстрактов изученных элементов и серебра [5], полученных в оптимальных условиях их количественного извлечения.

В спектрах поглощения и отражения стеариновой кислоты присутствует по 2 максимума в областях при 210, 300 и 210, 310 нм соответственно. Спектр поглощения тиосемикарбазида в расплаве стеариновой кислоты характеризуется наличием максимума при 280 нм, спектр отражения – при 290 нм.

В табл. 1 приведены спектральные характеристики экстрактов изученных элементов и серебра.

Таблица 1. Спектральные характеристики твердых экстрактов соединений серебра (I) и сопутствующих элементов с тиосемикарбазидом в расплаве стеариновой кислоты

Ион металла	$\lambda_{\text{абс.}}, \text{ нм}$	$\lambda_{\text{отр.}}, \text{ нм}$
Серебро (I)	430...600	394
Медь (II)	259 и 708	277 и 723
Цинк (II)	430	428
Свинец (II)	245	253

Таблица 2. Влияние меди (II) на степень экстракции R серебра (I), ($n=10$, $p=0,95$)

$pH_{\text{равн.}}$	$R, \%$
Соотношение 1:1	
1,18	$59,19 \pm 0,14$
3,78	$76,47 \pm 0,21$
4,23	$92,76 \pm 0,22$
4,54	$99,89 \pm 0,24$
Соотношение 1:10	
1,20	$62,15 \pm 0,15$
3,80	$77,51 \pm 0,21$
4,19	$93,67 \pm 0,22$
4,56	$99,86 \pm 0,24$
Соотношение 1:12	
1,23	$56,15 \pm 0,13$
3,84	$69,51 \pm 0,20$
4,15	$83,67 \pm 0,21$
4,55	$91,20 \pm 0,23$

Анализ данных табл. 1 и спектральных характеристик исходных реагентов показал, что спектры экстрактов серебра (I) отличаются от спектров реагентов и твердых экстрактов ионов меди (II), цинка (II), свинца (II). Поэтому селективное спектроскопическое определение серебра в присутствии этих элементов возможно. Изучено влияние ионов меди (II), цинка (II), свинца (II) на спектроскопическое определение серебра при соотношениях серебро: металл – 1:1...1:10. Содержание серебра во всех случаях составляло 1,0 мг. Количество вводимого металла варьировали в интервале от 1,0 до 10,0 мг. Установлено, что в указанном интервале соотношений сопутствующий элемент не влияет на интенсивность и положение максимума в спектрах экстрактов серебра. Дальнейшее увеличение содержания ионов металла уменьшает степень экстракции и интенсивность максимумов. Напри-

мер, в спектрах диффузного отражения экстрактов, полученных после экстракции из водных растворов, содержащих серебро и медь в соотношениях: 1:1; 1:3; 1:10; 1:12, значения коэффициента диффузного отражения уменьшаются с 0,28 до 0,13, а степень экстракции с 99,89 до 91,20 % (табл. 2).

Аналогичные результаты получены для цинка и свинца. Степень экстракции для этих элементов при соотношении 1:12 составляет 89,10 и 85,23 % соответственно. В табл. 3 приведены характеристики спектров диффузного отражения образцов, полученных после экстракции из водных растворов, содержащих серебро и сопутствующие элементы в различных соотношениях.

Таблица 3. Влияние соотношений содержаний ионов серебра и сопутствующего элемента на положение максимумов спектров диффузного отражения

Соотношение	Длины волн максимумов спектров диффузного отражения, нм		
	Ag: Cu	Ag: Zn	Ag: Pb
1:1	392	395	394
1:3	392	393	393
1:5	394	396	396
1:7	396	396	398
1:10	395	397	396
1:12	398	399	398

Были проанализированы модельные смеси, содержащие в водном растворе одновременно серебро (I) и сопутствующие элементы в соотношениях 1:1; 1:3; 1:7. В спектрах диффузного отражения твердых экстрактов, полученных после экстракции, интенсивность спектральных линий с изменением соотношения элементов в водном растворе не понижается, положение максимума отражения в целом сохраняется, наблюдается лишь небольшой сдвиг (4...6 нм) в длинноволновую область.

Выводы

Разработан метод экстракционно-спектроскопического определения серебра в твердых экстрактах тиосемикарбазида в расплаве стеариновой кислоты.

Изучено влияние сопутствующих элементов на спектроскопическое определение серебра с тиосемикарбазидом в расплаве стеариновой кислоты.

На основе спектральных характеристик исходных реагентов и образцов, полученных экстракцией водного раствора, содержащего ионы серебра (I) и меди (II), цинка (II), свинца (II) в различных соотношениях, и анализа искусственных смесей, содержащих одновременно все изученные элементы, показано, что на спектроскопическое определение серебра (I) в твердых экстрактах ионы сопутствующих металлов до соотношений 1:10 не оказывают влияния.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Барбалат Ю.А., Иванов В.М., Поленова Т.В., Федорова Н.В. Сорбция комплекса пирокатехинового фиолетового с молибденом (VI) на анионите АВ-17хВ // Вестник МГУ. Сер. Химия. – 1998. – Т. 39. – № 3. – С. 121–128.
2. Иванов В.М., Ершова Н.И. Спектроскопия диффузного отражения иммобилизованных на силикагеле комплексов никеля с диметилглиоксимом и бензильдиоксимом // Вестник МГУ. Сер. Химия. – 1999. – Т. 40. – № 2. – С. 22–26.
3. Кузьмина Е.В., Хатунцева Л.Н., Апяри В.В., Дмитриенко С.Г. Сорбционно-фотометрическое определение 1-нафтиламина с использованием пенополиуретана и тетрафторбората 4-нитрофенилдиазония // Вестник МГУ. Сер. Химия. – 2007. – Т. 48. – № 2. – С. 101–105.
4. Марченко З. Фотометрическое определение элементов. – М.: Мир, 1971. – 341 с.
5. Тосмаганбетова К.С., Досмагамбетова С.С., Ташенов А.К. Экстракция серебра (I) расплавом смеси тиосемикарбазида и стеариновой кислоты // Вестник Карагандинского государственного университета. Сер. Химия. – 2009. – № 1 (53). – С. 83–89.
6. Тосмаганбетова К.С., Досмагамбетова С.С., Ташенов А.К. Влияние сопутствующих элементов на экстракцию серебра тиосемикарбазидом в расплаве стеариновой кислоты // Известия Томского политехнического университета. – 2012. – Т. 320. – № 3. – С. 67–69.

Поступила 05.07.2011 г.