

УДК 543.054:543.621
AGRIS P33

<http://doi.org/10.5281/zenodo.2254222>

ФЛУОРИМЕТРИЧЕСКОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ НИКЕЛЯ И МЕДИ ПРИ ИССЛЕДОВАНИИ ГИДРОЛИТИЧЕСКОГО И ОКИСЛИТЕЛЬНОГО РАСТВОРЕНИЯ

©*Пичугина А. И.*, канд. хим. наук, Тверской государственный технический университет,
г. Тверь, Россия, idpo-chem-pichugina@bk.ru

©*Горцевич С. Л.*, канд. хим. наук, Тверской государственный технический университет,
г. Тверь, Россия, svetagor_70@mail.ru

FLUORIMETRIC DETERMINATION OF NICKEL AND COPPER IN THE STUDY OF HYDROLYTIC AND OXIDATIVE DISSOLUTION

©*Pichugina A.*, Ph.D., Tver State Technical University,
Tver, Russia, idpo-chem-pichugina@bk.ru

©*Gortsevich S.*, Ph.D., Tver State Technical University,
Tver, Russia, svetagor_70@mail.ru

Аннотация. В работе представлены результаты исследования кинетики окислительного растворения никеля и меди. Изучены зависимости перешедшего металла в раствор от времени протекания процесса растворения. Выбран наиболее эффективный метод определения металлов при исследовании кинетики. Подобраны основные параметры для флуоресцентного метода анализа и определены оптические плотности исследуемых проб.

Abstract. The paper presents the results of the study of the kinetics of oxidative dissolution of Nickel and copper. We have investigated the dependence of the metal passed into solution from the flow time of the dissolution process. The most efficient method for the determination of metals to study the kinetics. The main parameters of the fluorescent analysis method were selected, and the optical densities of the samples were determined.

Ключевые слова: кинетика растворения, удельная скорость растворения, оптическая плотность, комплексообразование, флуориметрический метод.

Keywords: dissolution kinetics, specific rate of dissolution, optical density, complexation, fluorimetric method.

В настоящее время большинство технологий по извлечению металлов из руд и концентратов основаны на пирометаллургических методах. Для перехода на энергосберегающие технологии необходимо изучение кинетики гидрохимических процессов, подбор методов и современных методик аналитического определения металлов.

Для исследования зависимостей скоростей растворения от влияющих факторов: времени проведения процесса и концентрации растворителя, применен метод вращающегося диска [1–2]. Количественное содержание никеля и меди в полученных пробах проводили методами переменного тока полярографии, атомно-абсорбционного анализа и флуориметрическим методом [3–5].

На основании полученных результатов был выбран флуориметрический метод анализа на анализаторе жидкости «Флюорат-02-3М». Этим методом получены наиболее точные

результаты с наименьшей относительной ошибкой определения изучаемых металлов и максимально возможной дисперсией воспроизводимости эксперимента.

Определение массовой концентрации никеля и меди при исследовании кинетики растворения флуориметрическим методом основана на экстракции хлороформом комплексного соединения никеля и меди с α -фурилдиоксимом с дальнейшим определением массовой концентрации никеля при 390-430 нм и меди при 315-490 нм.

Известен ряд α -диоксимов, которые широко используются для фотометрического определения никеля и меди с применением метода экстракции. В экстракт переходят соединения состава (Рисунок 1).

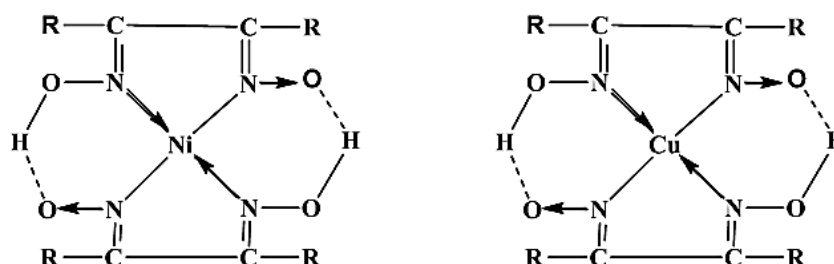


Рисунок 1. Комплексы диоксиматов никеля и меди.

Устойчивость формирующихся диоксиматов металлов обосновывается образованием четырех пятичленных циклов.

Чувствительность метода при использовании различных диоксимов и растворителей приведена в Таблице 1.

Таблица 1.

ЧУВСТВИТЕЛЬНОСТЬ МЕТОДА ОПРЕДЕЛЕНИЯ НИКЕЛЯ И МЕДИ

Реагент для определения	Чувствительность Ni, мкг/см ² для lg I ₀ /I = 0,001	Чувствительность Cu, мкг/см ² для lg I ₀ /I = 0,001
Диметилглиоксим + окислитель	0,004 (443, 403 нм)	0,003 (455, 430 нм)
Диметилглиоксим, хлороформ - экстракция	0,016 (372 нм)	0,012 (390 нм)
Метилэтилглиоксим, хлороформ - экстракция	0,013 (378 нм)	0,007 (410 нм)
α -Фурилдиоксим, хлороформ - экстракция	0,004 (434 нм)	0,006 (430 нм)
Диэтилдитиокарбамат, хлороформ - экстракция	0,0019 (329 нм)	0,002 (445 нм)

Комплексы никеля с различными α -диоксимами в растворе хлороформа имеют три линии поглощения: самая интенсивная лежит в УФ области, в которой поглощают и сами реагенты. Чувствительность их одинакова, но при конечной экстракции в случаи α -фурилдиоксима никеля переводят из водной фазы в меньший объем органического растворителя. Кроме того, отпадает операция предварительного выделения никеля при помощи диметилглиоксима.

Образование комплекса никеля с α -фурилдиоксимом протекает количественно с максимальной степенью извлечения, а сам комплекс можно экстрагировать в довольно широком пределе значений pH — от 7,5 до 9,0.

Для приготовления экстракта исследуемой пробы и для проведения градуировки прибора для флуориметрического определения массы никеля готовят растворы: 0,5% α -

фурилдиоксима в этаноле, 20% виннокислого калия-натрия, 5% тиокарбамида, 1% гидроксида натрия, 0,7% азотной кислоты и стандартные растворы Ni^{+2} или Cu^{+2} различной концентрации. В анализируемую пробу приливают 5 см³ виннокислого калия-натрия по 1 см³ растворов тиокарбамида и α -фурилдиоксима, затем раствор доводят до pH 7,5-9 раствором гидроксида натрия и проводят последовательную экстракцию хлороформом. Через 10 мин проводят измерения растворов в кювете с толщиной поглощающего слоя 1 см на анализаторе жидкости «Флюорат-02-3М». Экстракты устойчивы в течение 1 ч.

Чтобы связывать катионы металлов, образующих осадок в виде гидроксидов в условиях анализа никеля, вводят тартрат калия-натрия. При совместном нахождении в пробе металлов, близких по свойствам, добавляют маскирующие компоненты, например, в присутствии меди добавляют избыток тиокарбамида.

При построении градуировки прибора берут стандартные растворы никеля различных концентраций (Таблица 2), при этом сам градуировочный график остается в памяти прибора и строится методом кусочно-линейной интерполяции-экстраполяции (Рисунок 2).

Таблица 2.

ЗАВИСИМОСТЬ КОНЦЕНТРАЦИИ НИКЕЛЯ В ПРОБАХ C (мкг/дм³) НА СИГНАЛ J

Концентрация C , мкг/дм ³	Значение J
0	0,318
1	0,680
10	1,153
20	1,568

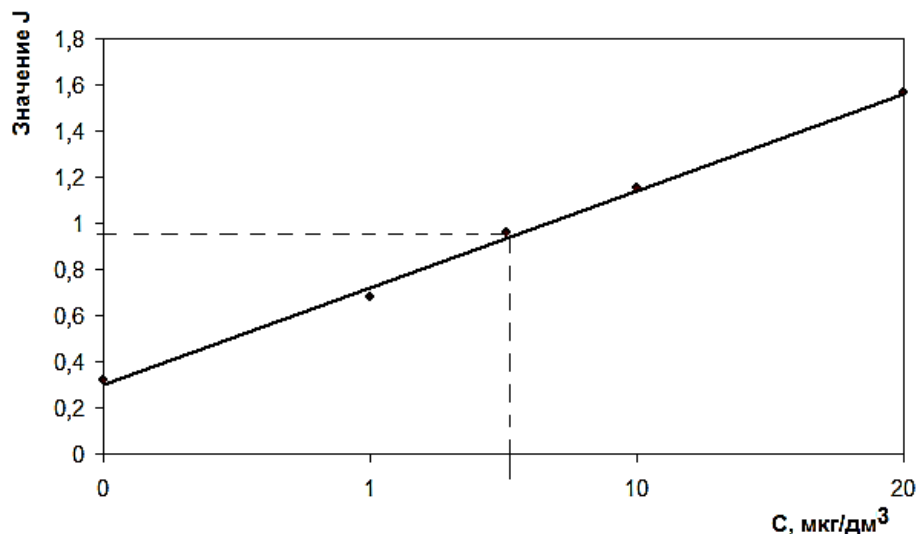


Рисунок 2. График зависимости концентрации никеля в пробах от сигнала J .

При анализе каждой пробы прибор уже дает истинное значение массовой концентрации металла.

Флуориметрический метод анализа при изучении кинетики растворения металлов является наиболее эффективным способом определения с наименьшей относительной ошибкой и максимальной дисперсией воспроизводимости. В качестве комплексообразователя взят α -фурилдиоксим, обеспечивающий стабильные комплексы с изучаемыми металлами и максимальной количественной степенью извлечения. Максимум светопоглощения α -фурилдиоксимата никеля в четыреххлористом углероде находится при 436 нм. Молярный коэффициент поглощения равен $1,82 \cdot 10^4$ (удельное поглощение 0,31).

Список литературы:

1. Луцик В. И., Соболев А. Е. Кинетика гидролитического и окислительного растворения сульфидов металлов. Тверь: ТГТУ, 2009. 140 с.
2. Луцик В. И., Соболев А. Е. Исследование кинетики процессов гидрохимического окисления сульфидных минералов // Горный информационно-аналитический бюллетень. 2007. № 6. С. 362-369.
3. Пичугина А. И., Луцик В. И., Елифанова Н. А. Кинетика гидролитического и окислительного растворения сульфида никеля (II) в кислой среде // Вестник Тверского государственного университета. Серия Химия. № 2. 2014. С. 82-88.
4. Пичугина А. И., Луцик В. И. Исследование кинетики растворения миллерита в условиях равнодоступной поверхности // Научно-технический вестник Поволжья. 2015. №6. С. 55-57.
5. Луцик В. И., Пичугина А. И., Соболев А. Е. Флуориметрический метод анализа. Тверь: ТвГТУ, 2014. С. 44.

References:

1. Lutsik, V. I., & Sobolev, A. E. (2009). Kinetika gidroliticheskogo i okislitel'nogo rastvoreniya sul'fidov metallov. Tver': TGTU, 140.
2. Lutsik, V. I., & Sobolev, A. E. (2007). Issledovanie kinetiki protsessov gidrokhimicheskogo okisleniya sul'fidnykh mineralov. *Mining Informational and Analytical Bulletin (scientific and technical journal)*, (6). 362-369.
3. Pichugina, A., Gortsevich, S., & Lutsik, V. (2016). Kinetics of millerite and heazlewoodite dissolution in solutions of nitric acid. *Bulletin of Science and Practice*, (11), 106–111.
4. Pichugina A. I., Lytsik V. I. (2015). Investigation of dissolution kinetics of millerite at the conditions of an equally accessible surface. *Scientific and Technical Volga region Bulletin*, (6). 55-57.
5. Lutsik, V. I., Pichugina, A. I., & Sobolev, A. E. (2014). Fluorimetriceskii metod analiza. Tver: TvGTU, 44.

*Работа поступила
в редакцию 25.11.2018 г.*

*Принята к публикации
28.11.2018 г.*

Ссылка для цитирования:

Пичугина А. И., Горцевич С. Л. Флуориметрическое определение никеля и меди при исследовании гидролитического и окислительного растворения // Бюллетень науки и практики. 2018. Т. 4. №12. С. 85-88. Режим доступа: <http://www.bulletennauki.com/12-55> (дата обращения 15.12.2018).

Cite as (APA):

Pichugina, A., & Gortsevich, S. (2018). Fluorimetric determination of nickel and copper in the study of hydrolytic and oxidative dissolution. *Bulletin of Science and Practice*, 4(12), 85-88. (in Russian).