

В. К. БИШИМБАЕВ, С. П. НАЗАРБЕКОВА, Х. Т. ШАРИПОВ, Н. К. САРЫПБЕКОВА

ГРАВИМЕТРИЧЕСКОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ La (III) С ИСПОЛЬЗОВАНИЕМ ПИРАЗИНГИДРОКСАМОВОЙ КИСЛОТЫ

Разработана методика гравиметрического определения лантана с использованием в качестве осадителя пиразингидроксамовой кислоты.

В современной химии редкоземельных элементов главное место занимают комплексные соединения. Координационные соединения редкоземельных элементов имеют особенности, которые могут быть с успехом использованы при различных методах разделения смесей РЗЭ.

Постоянство состава образующихся комплексов, устойчивость их на воздухе делают гидроксамовые кислоты (ГК) хорошими реагентами для гравиметрического определения РЗЭ.

Авторами [1] разработана методика определения La(III) в виде трис(бензоилфенилгидроксамата) (БФГА). Причем Sc(III) полностью осаждается БФГА при pH 4,8–5,4 и отделяется от La(III).

В работе [2] показана возможность использования N-м-толил-м-нитробензГК для селективного

отделения и гравиметрического определения Ce, La, Pr, Nd, Gd (M). Образующиеся малорастворимые комплексы состава ML_3 используются в качестве гравиметрической формы для определения РЗЭ без прокаливания до соответствующих оксидов. Наряду с ароматическими широко применяются и алифатические ГК. Так, некоторые алкилГК входят в состав флотационных реагентов, используемых при флотации хвостовых шламов в процессе гравитационного обогащения РЗЭ из руд [3].

С помощью различных ГК осуществляют экстракционное и хроматографическое разделение смесей РЗМ [4].

Применение ГК в гравиметрии показано в табл. 1.

В работе [5] показано применение комплексных ГК-металл-индикаторов для определения ионов РЗЭ

Таблица 1. Данные о применении ГК в гравиметрии РЗЭ

Металл	Реагент	pH осажд.	Аналитическая форма	Лит. ссылка
La(III)	БФГА	6,4-7,2	Комплекс или оксид	[6]
Nd(III)	N-м-толил-м-нитроБГК	7,5-8,5	Комплекс	[7]
Nd(III)	N-п-хлорфенил-м-нитроБГК	6,2-7,0	«	[7]
Nd(III)	N-м-толил-м-нитроБГК	8,8-9,5	«	[8]
Nd(III)	N-п-хлорфенил-м-нитроБГК	8,7-9,3	«	[7]
Pr(III)	N-м-толил-м-нитроБГК	8,6-9,2	«	[9]
Sm(III)	N-п-хлорфенил-м-нитроБГК	9,5-10,0	«	[9]
Sm(III)	N-м-толил-м-нитроБГК	9,6-10,2	«	[7]
Se(III)	БФГА	5,2	Комплекс или оксид	[10]
Yb(III)	N-м-толил-м-нитроБГК	9,2	«	[11]
Yb(III)	N-м-толил-м-нитроБГК	10,3-10,5	«	[7]
Gd(III)	N-м-толил-м-нитроБГК	9,0-9,5	«	[11]
Ce(III)	N-м-толил-м-нитроБГК	6,0-6,8	«	[12]
Ce(III)	N-п-хлорфенил-м-нитроБГК	7,2-8,0	«	[7]
Ce(III)	N-м-толил-п-нитроБГК	3,8-4,1	«	[12]
Eu(III)	N-м-толил-м-нитроБГК	9,5-10,0	«	[13]

прямым титрованием ЭДТА. Минерально-сырьевая база металлургических цветных и редких металлов представлена в основном полиметаллическими рудами. Одним из важных вопросов является создание новых аналитических реагентов для определения и разделения смесей РЗЭ и других цветных металлов.

Нами разработана методика гравиметрического определения лантана с использованием в качестве осадителя пиразингидроксамовой кислоты. La(III) количественно осаждается ПГК в интервале pH 4–5 в виде LaL₂. На этом основан предлагаемый метод отделения и гравиметрический метод определения La(III) в присутствии РЗЭ.

К 150 мл раствора, содержащего лантан и редкоземельные элементы, добавляют 50 мл 20%-ного раствора ацетата аммония и нескольких миллилитров уксусной кислоты (1:1), чтобы после осаждения лантана создать в растворе pH 4,5. Осаждение проводится ПГК (раствор в горячей воде) После нагревания на водяной бане в течение 5–10 мин осадок переходит в кристаллический. Его отфильтро-

вывают через плотный фильтр, промывают водой, содержащей немного ПГК, и прокаливают до La₂O₃ при 800–900 °С в муфельной печи.

Результаты определения приведены в табл. 2.

При изучении влияния катионов других металлов и анионов кислотных остатков установлено, что осаждению La(III) мешают ацет-, карбонат- ионы и ЭДТА. Определению La(III) не мешают ионы калия и кальция. Для устранения влияния катионов Ni, Cu, Zn(II) их маскируют цианидом калия. В интервале pH 4–5 осаждению лантана не мешают ионы других РЗЭ, так как они осаждаются ПГК в более щелочной среде. В присутствии больших количеств сопутствующих компонентов отделение лантана совместно с РЗЭ можно провести плавиковой кислотой (этот метод осаждения РЗЭ является наиболее полным). При малой величине осадка (менее 1 мг) рекомендуется добавление в качестве коллектора соли кальция.

Разработанная методика является уникальной, так как она позволяет определить микроколичества лантана в присутствии других РЗЭ и не требует дополнительного инструментального оборудования.

Таблица 2. Результаты гравиметрического определения La (III) в присутствии других РЗЭ в искусственных смесях

Масса La ₂ O ₃ , г	Истинное содержание La		Найденное содержание La		Ошибки, %	
	г	%	г	%	отн.	абс.
0,11689	0,08173	0,699	0,08185	0,700	0,14	0,001
0,11672	0,08161	0,699	0,08169	0,700	0,15	0,001
0,06258	0,04376	0,699	0,04368	0,698	0,18	0,001
0,05993	0,04190	0,699	0,04179	0,697	0,26	0,002
0,03064	0,02142	0,699	0,02138	0,698	0,19	0,001
0,03057	0,02137	0,699	0,02138	0,699	0,03	0

ЛИТЕРАТУРА

1. *Das J., Shome S.C.*//Anal.chim.acta. 1965. Vol.32. P.52-56.
2. *Agraval Y.K., Kapoor H.L.*//Analisis, 1977. Vol.5. P.62-69.
3. *Щукина Н.Е., Рябой В.И.* Обогащение руд. М.: Металлургия, 1989. 175 с.
4. *Пилипенко А.Т., Зульфигаров О.С.* Гидроксамовые кислоты. М.: Наука, 1989. С.247-266.
5. *Das J., Shome S.C.*//Anal.chim.acta. 1971. Vol.56. P.483.
6. *Agraval Y.K., Kapoor H.L.*//Talanta. 1976. Vol.23. P.235-237
7. *Agraval Y.K., Kapoor H.L.*//J.Inorg.Chem.Soc. 1976. Vol.53. P.174.
8. *Agraval Y.K., Kapoor H.L.*//J.Inorg.Chem.Soc. 1975. Vol.13. P.975-976.

9. *Alimarin I.P., Tze Yung-Shang.*//J.Inorg.Chem.Soc. 1962. Vol.9. P.9-13.
10. *Алимарин И.П., Цзе-Юнь сяи*//Завод. лаб. 1959. Т.25. С.1435-1437.
11. *Agraval Y.K.*//J.Ind.Chem.Soc. 1978. Vol.55. P.180-182.
12. *Verma P.C., Khadikar P.V., Agraval Y.K.*//J.Ind.Chem.Soc. 1976. Vol.53. P.174-175.
13. *Abu-Dar K.*//J.Inorg.Chem.Soc. 1976. Vol.53. P.174.

Резюме

Пиразингидроксам қышқылы тұндырушы ретінде қолданылып, лантан элемент і гравиметриялық әдіспен анықталды.

Южно-Казахстанский государственный университет им.Ауэзова, г. Шымкент Поступила