

## ПЛАТИНА ИОНДАРЫН ЭКСТРАКЦИЯЛЫ - ҚАТТЫ ФАЗАЛЫ СПЕКТРОСКОПИЯЛЫҚ АНЫҚТАУ

**Киікбай Мөлдір Киікбайқызы, Қанай Гүлбану Бақытханқызы**

[Moldirkiikbai@mail.com](mailto:Moldirkiikbai@mail.com), [kanaibany@gmail.com](mailto:kanaibany@gmail.com)

Л.Н. Гумилев атындағы Еуразия ұлттық университетінің магистранттары,

Нұр-Сұлтан, Қазақстан

Ғылыми жетекшісі – К.С.Тосмағанбетова

Қазіргі таңда платинаны анықтаудың ең тиімді әдістерінің бірі экстракция әдісі болып табылады. Экстрагенттер ретінде жеңіл балқитын органикалық заттар көп қолданысқа ие. Жеңіл балқитын органикалық заттармен (ЖБОЗ) экстракцияны қолдану ұшқыш, өрт қауіпті сұйық ерітінділерді экологиялық қауіпсіз заттарға ауыстыруға, селективтілік пен заттар экстракциясының дәрежесінің біркелкі жоғарылауына көмек береді [1].

Қатты фазада органикалық реагенттермен комплекстер сорбциясы мен қатты фазалы спектроскопияны біріктіру негізінде авторлар көптеген элементтерді анықтау әдістерін жасап шығарды [2]. Сорбент түріндегі үлгілер беткі қабат тығыздығы мен анықталушы компоненттердің гомогенді таралу талаптарын қанағаттандырмайды, сонымен бірге қолданушы сорбенттердің жоғары флотациялы қасиеттеріне байланысты үлгі дайындаудың ұзақтығымен ерекшеленеді.

Қатты фазада органикалық жеңіл балқитын реагенттер мен қатты фазалы спектроскопияны біріктіру сорбенттерді қолдану кезіндегі кемшіліктердің алдын алуға және фотометрияда сұйық үлгілердің сезімталдығын, жоғары таңдамалығын сақтауына мүмкіндік береді [3].

Жеңіл балқитын органикалық заттарды қолдану жоғары гомогенді экстракттардың есебінен матрицалық эффекттерді жоюға көмек береді. Жеңіл балқитын экстрагенттер негізіндегі үлгілер құрамы мен анализделуші үлгілердің құрамы ұқсас және ұзақ уақыт аралығында (бірнеше жылдар бойы) қаттыфазалы спектроскопия әдісінің қажетті анықтаулары үшін қатты үлгілер түрінде қолданыла алады [4]. Бұл стандартты үлгілер дайындаудағы маңызды аналитикалық мәселелерді шешу үшін айтулы әдіс болып табылады.

Бүгінгі таңда қатты фазалық спектроскопияның стандартты үлгілері мен шығарғыш үлгілері ретінде негізінен қатты фазада органикалық реагенті бар анықталған элементтің сорбцияланған кешендері қолданылады. Бірақ бұл әдістерді қолдану көптеген кемшіліктермен сипатталады [5]. Платина (IV) иондарын ЖБОЗ балқымасымен және олардың қоспаларымен алуды жүйелі зерттеу нәтижелері негізінде платина (IV)-ті ҚФ әдісімен анықтау үшін салыстыру үлгілерін дайындау әдістерін әзірлеу мүмкіндігі зерттелінді [6].

Қатты фазалық спектроскопия диффузиялы шағылысу спектроскопиясын және қатты фазалық спектрофотометрияны қамтиды [7]. Анықталған заттардың шағылысуы мен жұтылуының спектрлік қисықтары көбінесе жақын спектроскопиялық сипаттамаларға ие және шағылысудың да, сіңірудің де мәндерін қолдана отырып, қатты үлгідегі заттың мөлшерін анықтауға мүмкіндік береді [8].

### ТӘЖІРИБЕЛІК БӨЛІМ

Тәжірибе техникасын төмендегідей жүргізілді:

Титрі 1 мг/мл болатын 0,25 мл платинаның стандартты ерітіндісіне 19,5 мл ионсыздандырылған су қосылды. «Эксперт - 100» ионометрі көмегімен дайындалған ерітіндінің

pH мәні анықталды. Қажетті pH мән алу үшін концентрлі азот қышқылы  $\text{HNO}_3$  мен  $\text{NaOH}$ -тың сулы ерітінділерін қолдану арқылы келтірілді. Зерттелуші ерітіндіге 4 г стеарин қышқылын қосылып, термостатта қажетті температура орнағаннан кейін ( $80^\circ\text{C}$ ) экстрагент балқығанша ұсталды. Экстрагент балқығаннан кейін 3 минут шайқап экстракцияланды. Экстракциялық тепе-теңдік орнағаннан кейін қоспа стаканға құйылды. Қоспа суығаннан кейін қатты фазаны декантациялық жолмен бөліп алынды.

Платина (IV)-тің диффузиялы шағылуының спектроскопиялық анықталуы үшін қатты сынамалар дайындалды. Экстракцияның жүру кезінде түзілген қатты экстракттарды балқытып ерітеді. Экстракцияның өту кезінде сақинаның диаметрі 25мм болды. Әйнектен дайындалған пластинканың бетіне сақинаны (вазелин жағылған) қойып, оған қатты органикалық экстрактің балқымасы құйылады. Құйылған экстракт қатқан соң, беткі қабаты бір тегіс қатты үлгі алынады.

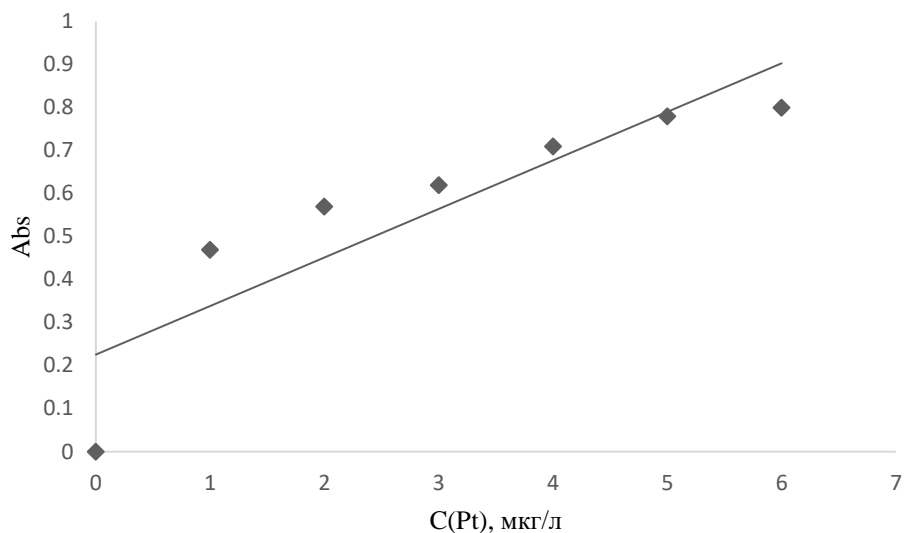
Градуирленген график тұрғызу үшін көлемі 50 мл болатын химиялық ыдыстарға концентрациясы 1 мг/мл болып келетін платинаның стандарт ерітіндісіне мөлшерлері 1, 2, 3, 4, 5, 6, 7 мл пипетка арқылы ионсыздандырылған сумен қажетті көлемге дейін толтырылды. 1 %-дық  $\text{NaOH}$  сулы ерітіндісі мен 0,1%-дық сұйытылған азот қышқылы ерітінділері көмегімен оптималды pH жағдайына жеткізілді. Ерітіндінің орта жалпы көлемі 20 мл. 100 SCAN UV-Visible Spectrophotometer (УК және көрсететін аймақтар) құралында дайын болған қатты органикалық сынама әрі қарай талдалынды. Нәтижесінде дайын болған мәндер бойынша градуирленген график жасап шығарылды.

#### НӘТИЖЕЛЕР ЖӘНЕ ОЛАРДЫ ТАЛҚЫЛАУЛАР

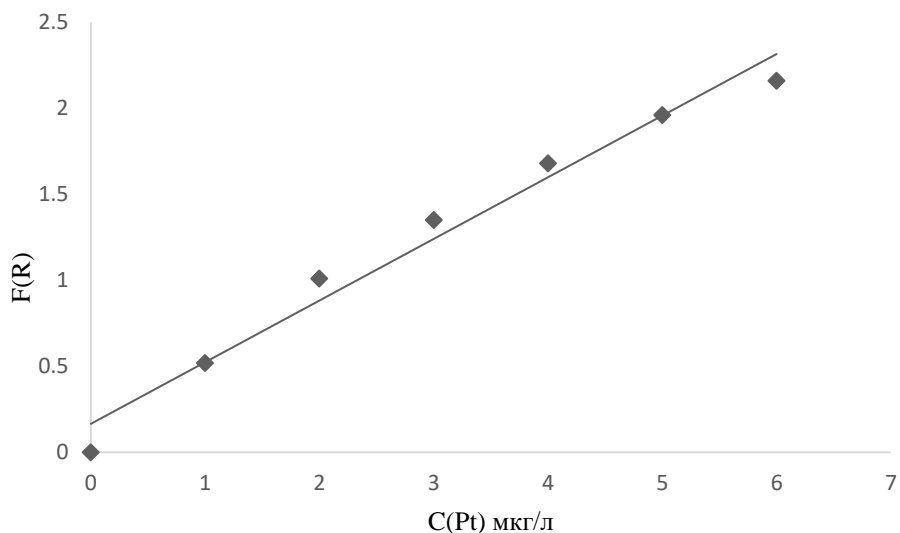
Градуирлеу графигі бойынша платина құрамы табылды. Спектрдегі платинаның күрделі қосылыстарының Кубелка-Мунк функциясының максималды мәні ілеспе элементтердің шағылысу және сіңіру максимумдарымен және үлгі матрицасымен қабаттаспайды. Алынған нәтижелер ГСО-да келтірілген деректерге сәйкес болады.

Қатты фазалық және диффузиялық шағылу спектроскопиясы кезіндегі платина (IV)-тің pH мәндері(1-кете)

pH	1	2	3	4	5	6
Abs	0,32	0,44	0,62	0,71	0,78	0,8
F(R)	0,52	1,01	1,35	1,68	1,96	2,16



Сурет 1 - Платина (IV)-ті қатты фазалық спектроскопиялық анықтау



Сурет 2 - Платина (IV)-ті диффузиялық шағылу спектроскопиялық анықтау

Ұсынылған талдау схемасының дұрыстығын және табылған экстракция жағдайларын тексеру үшін "енгізілген-табылған" бақылау әдісі қолданылды. 3 мг платинадан тұратын стандартты үлгісінің 1 мл аликвоттарына жаңа дайындалған стандартты күміс ерітіндісін қолдана отырып, металдың нақты мөлшері қосымша қосылды. Алынған шешімдер талдаудың барлық кезеңдері арқылы жүргізілді. Cary 100 Scan UV - Visible Spectrophotometer құрылғысында өлшегеннен кейін градуирлеу графигін қолдана отырып, алынған үлгілердегі платина мөлшері анықталды. Өлшеу нәтижелеріне статистикалық өңдеу жүргізілді (2-кесте).

Кесте - 1. Платина (IV)-ті үлгілерде "енгізілді-табылды" әдісімен анықтау нәтижелері (n=10, P=0,95)

C(Pt), үлгі, мг	Енгізілген, C(Pt), мг	Табылған, C(Pt), мг	S
3,00	0,05	3,05	0,07
3,00	1,0	4,00	0,06
3,00	1,5	4,50	0,06
3,00	2,0	4,99	0,08
3,00	2,5	5,50	0,08

Кестеден ұсынылған анықтау әдісі жақсы репродуктивтілікпен және дәлдікпен ерекшеленетінін көруге болады.

### ҚОРЫТЫНДЫ

Жеңіл балқитын органикалық заттардың қатты фазаларында және олардың қоспаларында платина (IV)-ті анықтаудың оңтайлы шарттары қатты фазалық спектроскопия әдісімен табылды.

Үлгі құрамының белгілі зат құрамымен талданатын сынамалардың құрамымен жақындығын қамтамасыз ететін салыстыру үлгілерін дайындау әдісі ұсынылды.

Шағылысу жағдайында да, сіңіру жағдайында да реагенттердің аналитикалық сигналының мәні металл қосылыстарының спектрлерінен алынады, бұл жоғары дәлдікті анықтауға мүмкіндік береді.

### Қолданылған әдебиеттер тізімі

1. Baba Y., Eguchi T., Inoue K. Solvent extraction of platinum(IV) from aqueous chloride media with 1,2-bis(tert-hexylthio)ethane // Bull. Chem. Soc. - Jpn., 2006. - V. 59, № 5. -P.1321-1326.
2. Chayama K., Sekido E. Liquid-liquid extraction of platinum(II) with phenylene-incorporated tetrakis(thioether)s // Bull. Chem. Soc. -Jpn., 2000. - V. 63, № 8. - P. 2420-2422.
3. Guyon V., Guy A., Foos J. et al. Lipophilic polythiamacrocycles as platinum extracting agents // Tetrahedron, 2005. - V. 51, № 14. - P. 4065-4074.
4. Secido E., Kawahara H., Tsuji K. Liquid-liquid extraction of some class b metal ions with a thiacyclopentadiene compound, 1,4,7,10,13,16-hexathiacyclooctadecan // Bull. Chem. Soc.- Jpn., 2008.-V. 61, №5. -P. 1587-1592.
5. Yordanov A.T., Roundhill D.M. Solution extraction of transition and post transition heavy and precious metals by chelates and macrocycles // Coord. Chem. Rev.- 2008. - P. 93-124.
6. Фурлей И.И., Дронов В.И., Никитин Ю.И. и др. Масс-спектрометрическое изучение образования отрицательных ионов молекулами кетосульфидов // Изв. АН СССР. Сер. хим. М., 2003. - № 3. - С. 660-663.
7. Старцева Е.А., Муринов Ю.И., Никитин Ю.Е. и др. Кетосульфиды новые реагенты для извлечения и разделения благородных металлов // Тез. докл. V Всесоюз. конф. "Органические реагенты в аналитической химии". – Киев, 2003. - С. 63.
8. Хисамутдинов Р.А. Комплексообразование благородных металлов с нейтральными серу- и азотсодержащими соединениями в экстракционных условиях // Дис. канд. хим. наук. – Уфа, 2004. – 164 с.