

НЕФЕЛОМЕТРИЧЕСКОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ АЛЮМИНИЯ В ВИДЕ КРИОЛИТА

Ю. Л. ЛЕЛЬЧУК, Б. Н. БЕСПРОЗВАННЫХ

(Представлено научным семинаром кафедры аналитической химии)

Тананаев и Талипов [1], позже Тананаев и Абилов [2] предложили использовать малую растворимость криолита для количественного определения алюминия. Авторы показали, что в присутствии избытка фтористого натрия растворимость криолита в воде снижается до чрезвычайно низких пределов и что осаждение алюминия этим осадителем возможно в присутствии ионов кобальта, никеля, цинка, марганца, кадмия, меди, бериллия, хрома, титана и, при особых условиях, даже железа [1, 2]. Позднее Тананаев и Лельчук [3] установили, что состав двойной соли фтористого натрия и алюминия, получающийся при взаимодействии катионов алюминия с фтористым натрием в водной среде, отвечает формуле $3\text{NaF}\cdot\text{AlF}_3$ лишь при значительном избытке осадителя, превышающим 1,4% NaF . При более низкой концентрации фтористого натрия выделяется конгруэнтно растворимая соль состава $11\text{NaF}\cdot 4\text{AlF}_3$. Эту соль авторы и предложили использовать в качестве осадка и весовой формы и разработали соответствующую методику весового определения алюминия [4].

Применение метода мыслилось в двух вариантах в зависимости от того, предполагается ли выделение алюминия с целью его взвешивания, или имеется в виду лишь отделение алюминия от других элементов, после чего осадок разлагается выпариванием с серной кислотой и алюминий определяется в дальнейшем по принятым методам. Первый вариант осуществим при определении алюминия в присутствии ионов кобальта, никеля, цинка, меди, кадмия и хрома; второй—во всех случаях, когда по условиям определения нельзя гарантировать постоянства состава осадка, что имеет место при осаждении алюминия в присутствии железа, титана и марганца.

Данные исследования растворимости в тройной системе $\text{NaF}-\text{AlF}_3-\text{H}_2\text{O}$ [3] использованы Тананаевым и Левиной для разработки титриметрического метода определения алюминия [5] и Тананаевым и Яковлевым для разработки методик весового определения алюминия в сталях и сплавах на железной и никелевой основе, содержащих хром, молибден, вольфрам, ванадий, цирконий, ниобий и титан [6].

Настоящее сообщение посвящено изучению возможности использования осадка $11\text{NaF}\cdot 4\text{AlF}_3$ для нефелометрического определения алюминия. Опыты проводились с растворами сульфата, хлорида и нитрата алюминия как в отсутствии солей железа, так и в присутствии таковых.

Экспериментальная часть

Фтористый натрий нами приготовлен по методу И. В. Тапаева [7]; сульфат, нитрат и хлорид алюминия получены перекристаллизацией промышленных препаратов $\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3 \cdot 18\text{H}_2\text{O}$, $\text{Al}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$ и $\text{AlCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ марки ч. д. а. Растворы готовились на бидистиллате. Концентрация алюминия в исходных растворах определена весовым путем в виде Al_2O_3 . Осаждение гидрата окиси алюминия велось при $50\text{--}60^\circ$ в присутствии метараота. Титр стандартного раствора сульфата алюминия $0,0022 \text{ г/мл}$, раствора фтористого натрия $0,0360 \text{ г/мл}$. Нефелометрирование проводилось на нефелометре модели «НФМ» с зеленым светофильтром. Калибровочные кривые строились в системе координат, где на горизонтальной оси откладывалось весовое количество алюминия в мг на 50 мл нефелометрируемого раствора, на вертикальной оси — относительная оптическая плотность раствора, под которой понимают отрицательный логарифм светопропускания, взятый при основании 10.

Наши опыты показали, что более устойчивой и равномерной получается взвесь криолита при приливании к раствору фтористого натрия раствора соли алюминия, а не наоборот.

Применение 1-проц. раствора крахмала или желатины в качестве защитных коллоидов для стабилизации взвеси $11\text{NaF} \cdot 4\text{AlF}_3$ ухудшает

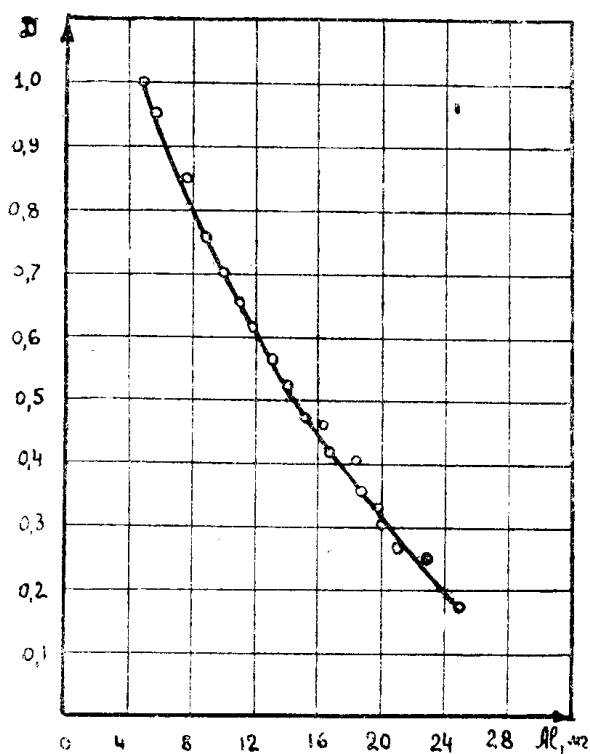


Рис. 1. Калибровочная кривая для нефелометрического определения алюминия в виде криолита.

воспроизводимость результатов нефелометрирования. Этиловый спирт, хотя и значительно понижает растворимость криолита, но делает взвесь менее устойчивой, что приводит к заметным колебаниям относительной оптической плотности растворов, содержащих одни и те же количества алюминия. Присутствие небольших количеств железа в сернокислой среде (до 6% от содержания алюминия) заметно не изменяет относительной оптической плотности растворов. Замена сульфата алюминия нитратом или хлоридом алюминия не оказывает влияния на показания нефелометра.

На основании проведенных опытов рекомендуем следующую методику построения калибровочной кривой и определения алюминия при содержании последнего от 5 до 25 мг на 50 мл нефелометрируемого раствора. В мерные колбочки на 50 мл вносят по 15 мл 3-проц. раствора фтористого натрия, к ним добавляют определенный объем стандартного раствора сульфата алюминия, затем доливают до метки бидистиллата, тщательно перемешивают 1—2 минуты и нефелометрируют при зеленом светофильтре «ЗС-1», рассеивателе № 4 и неизменном отсчете по левому барабану 0,5. На рис. 1 приводится калибровочная кривая, полученная нами по этой методике. В табл. 1 приводятся ре-

зультаты некоторых контрольных определений алюминия в отсутствие железа и присутствии его в количествах до 6% от содержания алюминия в нефелометрируемом растворе.

Таблица 1

№ опыта	Взято		Найдено Al, мг	Относительная ошибка, %
	Al, мг	Fe, мг		
1	13,2	—	13,6	-3,0
2	14,3	—	13,75	-3,8
3	17,6	—	18,3	+4,0
4	19,8	—	19,8	0,0
5	22,0	—	21,5	-2,3
6	17,6	1,0	18,1	+2,8
7	16,5	1,0	16,9	+2,4
8	19,8	1,0	20,0	+1,0

Применимость предлагаемой методики к определению алюминия в некоторых породах нами проверена на двух образцах песчаных пород, в которых содержание железа не превышало 0,4%, а весовое определение алюминия показало 1,37% Al в одном образце и 2,30% — в другом. Нефелометрическое определение алюминия после разложения навесок сплавлением с содой, отделения кремневой кислоты дегидратацией, осаждения полуторных окислов, растворения их в соляной кислоте, упаривания раствора и нейтрализации избытка кислоты аммиаком до слабокислой среды показало 1,35% Al в первом образце и 2,22% в другом.

Выводы

Разработана методика нефелометрического определения алюминия в виде криолита при содержании его в нефелометрируемом растворе от 5 до 25 мг. Ошибка определения не превышает 5%. Незначительные содержания железа в присутствии сульфат-ионов определению не мешают.

ЛИТЕРАТУРА

1. Тананаев И. В., Талипов Ш. Т. Изв. АН СССР, 547, 1938.
2. Тананаев И. В., Абилов С. Г. Журн. прикладной химии, XV, 1—2, 66, 1942.
3. Тананаев И. В., Лельчук Ю. Л. Доклады АН СССР, 3, 118, 1943.
4. Тананаев И. В., Лельчук Ю. Л. Журн. анал. химии, 2, 93, 1947.
5. Тананаев И. В., Левина М. И. Заводская лаборатория, XI, 9, 804, 1945.
6. Тананаев И. В., Яковлев П. Я. Заводская лаборатория, XVI, 10, 1149, 1950.
7. Тананаев И. В. Журн. прикладной химии, VII, 5, 729, 1934.